



Tugas Akhir - MM091381

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR HIDROTHERMAL PADA
SINTESIS LITHIUM MANGAN OKSIDA (LiMn_2O_4) SPINEL
TERHADAP EFISIENSI ADSORPSI DAN DESORPSI ION
LITHIUM DARI LUMPUR SIDOARJO**

YUSUF KURNIAWAN
NRP. 2710 100 051

Dosen Pembimbing
Dr. Lukman Noerochiem, S.T.,M.Sc.Eng

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2014

(Halaman Ini Sengaja Dikosongkan)



Final Project - MM091381

**EFFECT OF HYDROTHERMAL TEMPERATURE VARIATION
FOR SYNTHESIS OF LITHIUM MANGANESE OXIDES SPINEL
ON ADSORPTION AND DESORPTION EFFICIENCY OF
LITHIUM ION FROM LUMPUR SIDOARJO**

YUSUF KURNIAWAN
NRP. 2710 100 051

Advisor
Dr. Lukman Noerochiem, *S.T.,M.Sc.Eng*

MATERIALS AND METALLURGICALS ENGINEERING
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya
2014

(Halaman Ini Sengaja Dikosongkan)

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR HIDROTHERMAL PADA
SINTESIS LITHIUM MANGAN OKSIDA (LiMn_2O_4) SPINEL
TERHADAP EFISIENSI ADSORPSI DAN DESORPSI ION
LITHIUM DARI LUMPUR SIDOARJO**

TUGAS AKHIR

**Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
Pada**

**Bidang Studi Material Inovatif
Program Studi S1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas
Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

Oleh :

**Yusuf Kurniawan
NRP 2710.100.051**

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

Dr. Lukman Noerochiem, S.T.,M.Sc.Eng(Pembimbing)

SURABAYA

Juli 2014



(halaman ini sengaja dikosongkan)

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR
HIDROTHERMAL PADA SINTESIS LITHIUM
MANGAN OKSIDA (LiMn_2O_4) SPINEL TERHADAP
EFISIENSI ADSORPSI DAN DESORPSI ION
LITHIUM DARI LUMPUR SIDOARJO**

Nama Mahasiswa : *Yusuf Kurniawan*
NRP : *2710 100 051*
Jurusan : *Teknik Material Dan Metalurgi*
Dosen Pembimbing : *Dr. Lukman Noerochiem,*
S.T.,M.Sc.Eng

ABSTRAK

Perkembangan teknologi dalam bidang material menunjukkan perkembangan yang sangat pesat dalam beberapa tahun terakhir. Salah satu material yang sangat dibutuhkan dalam berbagai aplikasi adalah lithium. Lithium adalah bahan utama dalam pembuatan baterai yang merupakan sumber listrik untuk berbagai alat elektronik. Lithium sendiri bisa didapatkan dari air laut brines dan *geothermal fluid*. Salah satunya berada di Lumpur Sidoarjo Indonesia, yang memiliki kandungan sekitar 6 ppm. Untuk proses ekstraksi lithium dari Lumpur Sidoarjo dapat dilakukan dengan metode adsorpsi. Lithium Mangan Oksida Spinel digunakan sebagai material absorben karena murah, tidak beracun dan mudah didapatkan.

Pada penelitian ini metode hidrotermal digunakan sebagai metode sintesis pada LiMn_2O_4 karena dapat dilakukan pada temperatur yang relatif rendah dan menghasilkan partikel yang lebih homogen. Metode hidrotermal dilakukan pada temperatur 160 °C, 180 °C dan 200 °C selama 24 jam. Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal. Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi material setelah proses hidrotermal. Pengujian BET dilakukan untuk mengetahui *surface area*. Setelah itu metode *acid treatment* dilakukan untuk proses adsorpsi dan desorpsi. Adsorpsi dilakukan dengan mencelupkan

Lithium Mangan Oksida Spinel yang telah disintesis kedalam Lumpur Sidoarjo. Pengujian ICP dilakukan untuk mengetahui kandungan lithium yang terdapat pada Lumpur Sidoarjo sebelum dan sesudah adsorpsi untuk mengetahui jumlah lithium yang terserap. Pengujian desorpsi dilakukan dengan mencelupkan LiMn_2O_4 kedalam larutan HCL. Pada uji XRD menunjukkan bahwa LiMn_2O_4 berstruktur kristal *cubic*. Dari hasil uji SEM terlihat bahwa tidak banyak perbedaan morfologi pada ketiga variasi. Partikel cenderung membentuk aglomerasi. Pada hasil uji ICP menunjukkan bahwa LiMn_2O_4 dengan temperatur hidrotermal 160°C memiliki efisiensi adsorpsi paling tinggi dengan 6,775 ppm. Sementara untuk desorpsi yang paling tinggi adalah 200°C sebesar 0.081 ppm.

Kata kunci : Hidrotermal, Lithium Mangan Oksida Spinel, Lumpur Sidoarjo, adsorpsi, desorpsi

Effect of Hydrothermal Temperature Variation for Synthesis of Lithium Manganese Oxides Spinel on Adsorption and Desorption Efficiency of Lithium Ion From Lumpur Sidoarjo

Name : *Yusuf Kurniawan*
NRP : *2710 100 051*
Department : *Materials and Metallurgical
Engineering*
Advisor : *Dr. Lukman Noerochiem,
S.T.,M.Sc.Eng*

ABSTRACT

Technological developments in the field of materials show a very rapid development in recent years. One of the materials that are needed in a variety of applications is lithium. Lithium is the main ingredient in the manufacture of batteries which are the power source for various electronic equipment. Lithium itself can be obtained from sea water brines and geothermal fluid. One of them is located in Sidoarjo Indonesia, which has a content of about 6 ppm. For the extraction of lithium from Lumpur Sidoarjo can be done by adsorption method. Lithium Manganese Oxide Spinel is used as an absorbent material because it is inexpensive, non-toxic and readily available.

In this study, the hydrothermal method is used as a method for the synthesis of the LiMn_2O_4 which can be done at relatively low temperature and produces more homogeneous particles. Hydrothermal method performed at a temperature of 160°C, 180°C and 200°C for 24 hours. XRD testing was conducted to determine the crystal structure. SEM testing was conducted to determine the morphology of the material after hydrothermal process. BET testing conducted to determine surface area. After that, the acid treatment method carried out for the adsorption and desorption processes. Adsorption is done by dipping Lithium Manganese Oxide Spinel that has been

synthesized into Lumpur Sidoarjo. ICP testing performed to determine lithium ion contained in Lumpur Sidoarjo before and after adsorption to determine the amount of lithium that is absorbed. Desorption testing performed by dipping LiMn_2O_4 into a solution of HCL. In the XRD test showed that LiMn_2O_4 has cubic crystal structure. From the SEM test results show that not much difference in the morphology of the three variations. The particles tend to form agglomerations. In the ICP test results indicate that the hydrothermal temperature 160°C of the LiMn_2O_4 has the highest adsorption efficiency with 6.775 ppm. While for most high desorption is 200°C at 0.081 ppm.

Keyword : Hydrothermal, Lithium manganese oxides spinel, lumpur sidoarjo, adsorption, desorption

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan judul :

“PENGARUH VARIASI TEMPERATUR HIDROTERMAL PADA SINTESIS LITHIUM MANGAN OKSIDA (LiMn_2O_4) SPINEL TERHADAP EFISIENSI ADSORPSI DAN DESORPSI ION LITHIUM DARI LUMPUR SIDOARJO”

Tugas akhir ini disusun untuk memenuhi syarat memperoleh gelar Sarjana Teknik (ST) Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Penulis juga mengucapkan terima kasih yang sebesar – besarnya kepada :

1. Allah SWT yang selalu memberikan rahmat dan karunia serta kelancaran dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
2. Ayah, Ibu, dan saudara serta keluarga atas segala doa, dukungan, dan pengertian yang telah diberikan selama ini.
3. Ibu Dr. Lukman Noerochiem, S.T.,M.Sc.Eng selaku dosen pembimbing Tugas Akhir.
4. Bapak Dr. Sungging Pintowantoro, S.T, M.T selaku Ketua Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI – ITS.
5. Ibu Yuli Setyorini selaku dosen wali
6. Dosen Tim Penguji seminar dan sidang serta seluruh dosen Teknik Material dan Metalurgi FTI – ITS, saya ucapkan terima kasih dan salam hormat saya.

Penulis menyadari bahwa penyusunan Tugas Akhir ini masih jauh dari kesempurnaan, untuk itu kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak sangat diharapkan.

Surabaya, Juli 2014

Penulis

(Halaman Ini Sengaja Dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	v
ABSTRAK.....	vii
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvii

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lithium.....	5
2.1.1 Sumber Lithium.....	7
2.1.2 ekstraksi pada lithium	8
2.2 Sintesis Litium Mangan Oksida Spinel	9
2.3 Recovery Lithium.....	13
2.4 Proses <i>extraction</i> dan <i>insertion</i> lithium pada Lithium Mangan Oksida	18

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan.....	21
3.2 Peralatan	21
3.3 Diagram Alir Penelitian	22
3.4 Metode Penelitian	24

3.4.1 Preparasi Lithium Mangan Oksida	24
3.4.2 Preparasi Lumpur Sidoarjo.....	25
3.4.3 Proses Adsorpsi Dan Desorpsi Lithium	26
3.5 Pengujian	27
3.5.1 Scanning Electron Microscope (SEM)	27
3.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)	28
3.5.3 BET (Braunner-Emmet-Teller	29
3.5.4 ICP (Induced Coupled Plasma-AES)	31
3.6 Rancangan Penelitian	32
 BAB IV ANALISA DATA dan PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis LiMn_2O_4	33
4.2 Karakterisasi LiMn_2O_4	35
4.2.1 Pengujian XRD (<i>X-ray Diffraction</i>).....	36
4.2.2 Pengujian <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	37
4.3 Proses Adsorpsi dan Desorpsi	40
4.3.1 Pengujian ICP Pada Lumpur Sidoarjo	40
4.3.2 Proses Acid Treatment	41
4.3.3 Proses Adsorpsi Pada Lumpur Sidoarjo	44
4.3.4 Proses Desorpsi Pada Larutan HCl.....	45
4.4 Pengujian ICP (Induced Coupled Plasma).....	46
4.5 Efisiensi Adsorpsi dan Desorpsi.....	48
 BAB V KESIMPULAN dan SARAN	
5.1 Kesimpulan	51
5.2 Saran	51
 DAFTAR PUSTAKA	53
LAMPIRAN	57
BIODATA PENULIS	77

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Properti Lithium	6
Tabel 3.1	Rancangan Pengujian Lithium Mangan Oksida Spinel	32
Tabel 3.2	Rancangan Pengujian ICP	32
Tabel 4.1	Perbandingan Puncak LiMn_2O_4 pada pola <i>X-ray</i> <i>Diffraction</i>	37
Tabel 4.2	Pergeseran puncak 2 theta sebelum dan sesudah proses <i>acid treatment</i>	43
Tabel 4.4	Kandungan ion Li^+ pada lumpur sidoarjo dan larutan HCl 0,5 M.....	47
Tabel 4.5	Hasil Perhitungan Adsorpsi dan Desorpsi	48

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Proses produksi lithium dari <i>pegmatite</i>	8
Gambar 2.2 Proses produksi lithium dari 3 sumber berbeda	9
Gambar 2.3 Struktur LiMn_2O_4 spinel a. (111) <i>crystal faces</i> ; b. tetrahedral 8a; c. oktahedral 16d.....	10
Gambar 2.4 Diagram alir kopresipitasi pada <i>brines</i>	15
Gambar 2.5 Ilustrasi dari <i>membrane process</i>	18
Gambar 2.6 Skema dari model lithium <i>extraction</i> (a) dan lithium <i>insertion</i> (b) dibuat oleh Feng (1992); \circ , <i>redox-</i> <i>type</i> ; \square , <i>ion exchange type</i>	19
Gambar 3.1 Skema percobaan Adsorpsi dan Desorpsi Lithium	27
Gambar 3.2 Alat uji SEM.....	28
Gambar 3.3 Alat pengujian <i>X-Ray Diffraction</i>	29
Gambar 3.4 Alat Pengujian BET (Braunner Emmet Teller)	30
Gambar 3.5 Alat pengujian ICP	31
Gambar 4.1 Proses pengadukan dengan menggunakan <i>magnetic</i> <i>stirrer</i> selama 20 menit.....	34
Gambar 4.2 Proses pemanasan hidrotermal dalam furnace	34
Gambar 4.3 Serbuk LiMn_2O_4 hasil sintesis selama 24 jam dengan temperatur (a) 160°C , (b) 180°C dan (c) 200°C	35
Gambar 4.4 Difraktogram Sintesis LiMn_2O_4 (Lithium Mangan Oksida) dengan metode hidrotermal pada temperatur (a) 160°C (b) 180°C dan (c) 200°C selama 24 jam.....	36
Gambar 4.5 Hasil uji SEM LiMn_2O_4 temperatur 160°C dengan perbesaran (a) 1000x, (b) 10000x dan (c) 30000x.	38
Gambar 4.6 Hasil uji SEM LiMn_2O_4 temperatur 180°C dengan perbesaran (a) 1000x, (b) 10000x dan (c) 30000x	39

Gambar 4.7	Hasil uji SEM LiMn_2O_4 temperatur 200°C dengan perbesaran (a) 1000x, (b) 10000x dan (c) 30000x.	39
Gambar 4.8	(a) Senyawa LiMn_2O_4 dimasukkan kedalam (b) membran polimer <i>Kimtech</i>	41
Gambar 4.9	Proses <i>acid treatment</i> pada 2 liter HCl 0,5 M dengan 3 variasi pemanasan LiMn_2O_4 yaitu (a) 160°C (b) 180°C dan (c) 200°C	42
Gambar 4.10	Hasil uji XRD LiMn_2O_4 setelah <i>acid treatment</i>	43
Gambar 4.11	Proses pencelupan membran/absorben pada 1 liter lumpur sidoarjo selama 24 jam	45
Gambar 4.12	Proses pencelupan membran berisi LiMn_2O_4 kedalam 2 liter HCl 0,5 M	46
Gambar 4.13	Grafik perbandingan kandungan ion Li^+ setelah adsorpsi dan desorpsi	47

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Pada masa kini lithium adalah salah satu material yang dibutuhkan dalam berbagai kebutuhan seperti peralatan elektronik portabel, baterai, mobil listrik dan masih banyak lagi selainnya. Tentunya hal ini menunjukkan bahwa setiap tahunnya kebutuhan akan lithium juga semakin tinggi. Berdasarkan data yang ada diperkirakan produksi lithium dunia mencapai 37.000 ton pada tahun 2012 (US Geological Survey, 2013) dengan cadangan lithium yang mencapai sekitar 13 juta ton. Namun hal ini belum dieksplorasi dengan baik di Indonesia karena belum ada yang memproduksi. Apabila dimanfaatkan dengan baik tentunya akan meningkatkan perkembangan industri yang ada di Indonesia, khususnya dalam bidang material inovatif dan baterai. Seorang peneliti dari Jepang yang bernama Wataru Tanikawa menyatakan bahwa Lumpur Sidoarjo (LuSi) merupakan salah satu *geothermal fluid* yang banyak mengandung litium, sekitar 6 ppm. Oleh karena itu Lumpur Sidoarjo dapat dijadikan sebagai sumber penghasil litium untuk bahan pembuatan baterai.

Salah satu cara untuk menyerap lithium pada umumnya adalah dengan menggunakan Lithium Mangan Oksida spinel (Hui Zhang, 2010). Banyak metode sintesis yang dapat dilakukan untuk membuat Lithium Mangan Oksida spinel seperti metode *sol-gel* (Michalska, 2011), *hydrothermal* (Hong Jun, 2009), *spray-pyrolysis* (Iriyama, 2007), *solid state* (Zhou, 2004) dan lain sebagainya. Sebenarnya bubuk LiMn_2O_4 sudah banyak dibuat dengan metode *solid-state reaction*, namun memiliki banyak

kekurangan seperti tidak homogen, bentuk tidak teratur dan ukuran partikel yang besar (Michalska, 2011). Umumnya LiMn_2O_4 berukuran agak besar dan biasanya memiliki konduktivitas elektrik yang rendah. Oleh karena itu banyak dikembangkan metode lain untuk mengatasi masalah tersebut, salah satunya adalah dengan menggunakan metode hidrotermal yang memiliki beberapa keuntungan seperti homogenitas, kemurnian, temperatur sintering yang lebih rendah dan berukuran nanopartikel (Cai Zhang, 2003). Dengan ukuran yang sangat kecil ini membuat proses adsorpsi lithium menjadi lebih efektif karena semakin besarnya luas permukaan maka semakin besar pula lithium yang dapat teradsorpsi (Alberty, 1987).

Dalam penelitian ini, ekstraksi litium pada Lumpur Sidoarjo akan dilakukan dengan *inorganic absorbent* (Lithium Mangan Oksida Spinel) yang berukuran nanopartikel dan akan difokuskan pada efisiensinya. Sintesis Lithium Mangan Oksida spinel menggunakan metode hidrotermal dengan bahan dasar $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan MnO_2 . Dari hasil sintesis yang telah dilakukan, akan dikarakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur kristalnya, SEM untuk mengetahui morfologi, lalu BET untuk mengetahui luas permukaan dan ICP untuk mengetahui komposisi kimia yang terdapat pada padatan.

1.2 Perumusan Masalah

Penelitian ini memiliki beberapa perumusan masalah yaitu :

1. Bagaimana pengaruh dari temperatur hidrotermal terhadap struktur kristal dan morfologi lithium mangan oksida spinel yang terbentuk?

2. Bagaimana pengaruh dari temperatur hidrotermal terhadap efisiensi adsorpsi dan desorpsi ion litium dari Lumpur Sidoarjo?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Homogenitas kandungan Li^+ dari sampel yang diambil dari Lumpur Sidoarjo dianggap konstan.
2. Temperatur selama proses hidrotermal dianggap konstan.
3. Tekanan selama proses hidrotermal dianggap konstan.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini memiliki tujuan antara lain sebagai berikut :

1. Menganalisa pengaruh temperatur pada proses hidrotermal terhadap struktur kristal dan morfologi lithium mangan spinel yang terbentuk.
2. Menganalisa pengaruh temperatur pada proses hidrotermal terhadap efisiensi adsorpsi dan desorpsi ion litium dari Lumpur Sidoarjo.

1.5 Manfaat

Adapun manfaat yang dapat di peroleh dari penelitian ini adalah mendapatkan litium mangan oksida spinel yang berukuran nanopartikel dan memiliki efisiensi terbesar dalam proses adsorpsi dan desorpsi Li^+ pada Lumpur Sidoarjo, serta dapat digunakan sebagai rujukan terhadap penelitian-penelitian yang berkaitan dengan proses adsorpsi dan desorpsi Li^+ dari *geothermal fluid*.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lithium

Lithium merupakan sebuah elemen kimia dengan simbol Li dan nomer atom 3. Lithium pertama kali ditemukan dalam bentuk Petalit ($\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$) pada tahun 1800 oleh kimiawan *Johan August Arfwedson* di dalam tambang di Swedia. *Jöns Jakob Berzelius* merupakan ilmuwan yang memberi nama lithium pada awalnya yaitu *lithion/lithina*, dari kata Bahasa Yunani *λίθος* (ditransliterasi "lithos", yang berarti "batu"), untuk mencerminkan penemuan dalam mineral padat, sebagai perbandingan kalium, yang telah ditemukan di abu tanaman, dan natrium yang terdapat banyak dalam tubuh hewan. ia memberikan nama logam di dalam mineral tersebut lithium.

Jumlah lithium berada di urutan ke-33 sebagai unsur yang paling banyak di bumi. Lithium bersifat sangat reaktif sehingga menyebabkan unsur ini hanya bisa ditemukan pada bentuk senyawa. Lithium merupakan logam yang paling ringan dalam tabel periodik, begitu ringannya sehingga lithium dapat mengambang di air dan minyak. Selain dapat mengambang, lithium juga dapat bereaksi dengan air. Pada temperatur kamar, lithium lambat bereaksi dengan air namun bereaksi cepat jika temperatur dinaikkan. Hal tersebut juga terjadi ketika Lithium bereaksi terhadap Oksigen, akan membentuk Lithium Oksida (Li_2O) ketika temperaturnya diatas 100°C . Pada Kondisi yang tepat Lithium akan dengan mudah di kombinasikan dengan Belerang, Hidrogen, Nitrogen, Halogen, dan zat yang bersifat asam.

Tabel 2.1 Properti Lithium

Nomor Atom	3
Massa Atom	6.941 g/mol
Jari-Jari Atom	152 pm
Densitas	0.534 g/cm ³
Warna	Abu-abu terang
Titik Lebur	453.69 K
Titik Didih	1615 K
Heat of Fushion	3.00 kJ/mol
Heat of Vaporization	147.1 kJ/mol
Spesific Heat Capacity	24.860kJ/mol
First Ionization Energy	520.2 kJ/mol
Oxidation State	+1,-1
Elektronegatifitas	0.98
Struktur Kristal	BCC
Sifat Magnetik	Paramagnetik
2 Isotop Stabil	⁶ Li (7.5%) dan ⁷ Li (92.55)

Hal tersebut juga terjadi ketika Lithium bereaksi terhadap Oksigen, akan membentuk Lithium Oksida (Li_2O) ketika temperaturnya diatas 100⁰C. Pada Kondisi yang tepat Lithium akan dengan mudah di kombinasikan dengan Belerang, Hidrogen, Nitrogen, Halogen, dan zat yang bersifat asam. Lithium merupakan salah satu logam dengan titik lebur terendah diantara semua unsur logam yakni 180⁰C dan titik didih sekitar 1.335⁰C. Tetapi memiliki titik lebur dan didih yang paling tinggi dari golongan logam alkali.

Setiap tahunnya produksi dan permintaan terhadap lithium terus meningkat. Berdasarkan data yang ada diperkirakan produksi lithium dunia mencapai 37.000 ton pada tahun 2012 (US Geological Survey, 2013) dengan cadangan lithium yang

mencapai sekitar 13 juta ton. Dalam aplikasinya, lithium memiliki banyak kegunaan antara lain sebagai keramik, paduan ringan berkekuatan tinggi pada pesawat terbang dan juga baterai. Baterai sendiri merupakan sumber energi dari berbagai alat elektronik *portable*.

2.1.1 Sumber Lithium

Menurut bentuknya, lithium di alam secara umum dapat didapatkan dari dua sumber yaitu *brines* dan *geothermal fluid*. Lithium yang paling sering ditemukan dikombinasikan dengan aluminium, silikon, dan oksigen untuk membentuk mineral yang dikenal sebagai spodumene ($\text{LiAl}(\text{SiO}_3)_2$) atau petalite/castorite ($\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$). Ini telah ditemukan pada masing-masing 6 benua yang dihuni, tetapi mereka ditambang terutama di bagian barat Australia, Argentina, Cina, dan Chile (US Geological Survey, 2013). Pada tahun 2013 US Geological Survey mengestimasi bahwa terdapat 39.5 juta ton cadangan lithium diseluruh dunia. Dengan cadangan terbesar berada di pegunungan Andes Amerika Selatan yaitu sebesar 16.5 juta ton lithium yang berbentuk *briness*. Sebagian besar lithium yang berada di Pegunungan Andes berada di Negara Bolivia.

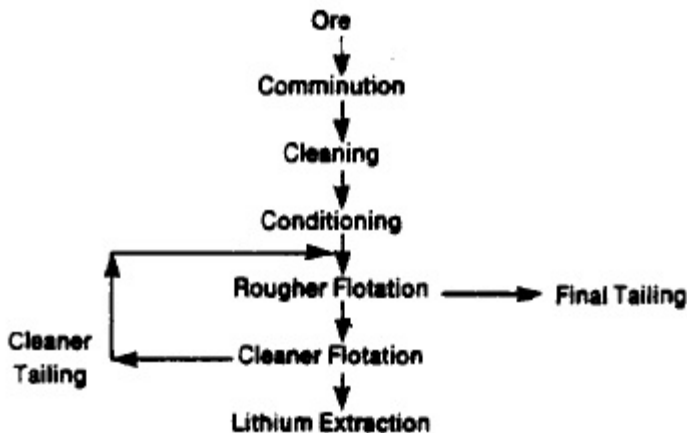
Di Indonesia ditemukan sumber Lithium, salah satunya yaitu dari semburan lumpur Lapindo Sidoarjo. Dalam proses ekstraksinya lithium dalam bentuk mineral dan yang terkandung dalam air garam memiliki metode ekstraksi yang berbeda. Lithium dalam bentuk mineral kebanyakan melalui proses *roasting* dan *water leaching*, sedangkan lithium yang berada di air garam atau sumber lainnya dimana lithium itu berbentuk ion diproses menggunakan resin penukar ion, kopresipitasi dan adsorpsi.

Geothermal Fluid merupakan salah satu sumber lithium yang sangat potensial karena kandungan lithiumnya yang lebih tinggi dari *briness* atau air laut, *recovery lithium* pada lapangan sudah dilakukan oleh Pauwels(1995). Pengolahan *Geothermal Fluid* memiliki cara yang tidak jauh berbeda dengan pengolahan

lithium dari air laut atau *briness*, karena bentuk dan sifat dari kedua *raw material* tersebut hampir sama.

2.1.2 Ekstraksi Pada Lithium

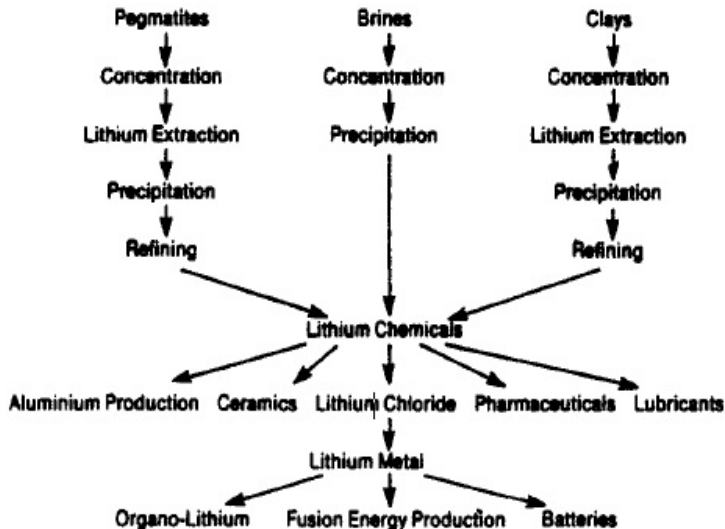
Saat ini, sebagian besar lithium diproduksi dari bijih *pegmatite*. Proses *recovery* melibatkan konsentrasi dengan flotasi buih, ekstraksi hidrometalurgi dan presipitasi dari larutan cair (Lenhart, 1957). Awalnya bijih *pegmatite* dihancurkan dan dihaluskan, lalu dibersihkan dengan kaustik, kadang-kadang sodium sulfida ditambahkan sebagai dispersant. Kemudian melakukan *conditioning* pada bijih dengan asam oleat. Proses ini dapat dilihat pada Gambar 2.1. Sementara *flotation* adalah yang metode paling umum di sebagian besar wilayah dan yang paling ekonomis diproduksi di Rhodesia Selatan.



Gambar 2.1 Proses produksi lithium dari *pegmatite*

Sebagian besar lithium *pegmatite* di negara ini di *recovery* sebagai spodumene mineral ($\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$) yang biasanya mengandung sekitar 2% lithium. Lithium harus diekstrak dari mineral dan ini dapat dilakukan dengan salah satu dari dua proses. Yang pertama disebut *acid treatment* melibatkan perlakuan panas untuk mengubah spodumene alpha ke beta spodumene, yang lebih

sesuai untuk di-ekstraksi. Bahan ini digerus halus sekitar 0,15 mm dan dicampur dengan asam sulfat. Campuran tersebut kemudian dipanaskan dan lithium dikonversi ke larutan lithium sulfat

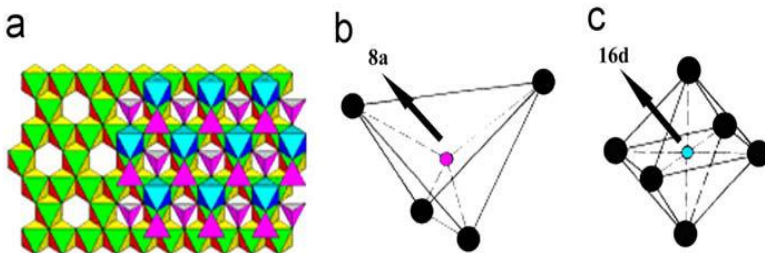


.Gambar 2.2 Proses produksi lithium dari 3 sumber berbeda

2.2 Sintesis Litium Mangan Oksida Spinel

Jaringan stabilitas struktur AB_2O_4 spinel berhubungan dengan penyisipan lithium telah dibuktikan secara eksperimental pada tahun 1990-an antara lain Fe_3O_4 , Mn_3O_4 dan $LiMn_2O_4$ (Thackeray, 1983). Fase $LiMn_2O_4$ ini ditandai dengan oksigen logam/skeletal, yang dikenakan jaringan terus-menerus dari celah tetrahedral yang dapat diakses ion lithium. Sintesis dan karakterisasi $Li_{1+x}Mn_{2-x}O_4$ dapat dilakukan dengan metode pengendapan matriks polimer yang dapat dilakukan dengan atau tanpa menggunakan basa (Lakshmi, 1997 ; Larcher, 1997). Fase spinel $Li_{1+x}Mn_{2-x}O_4$ penting untuk distabilisasi guna mempertahankan konduktivitas oksigennya. Ada beberapa metode yang dapat digunakan untuk sintesis $Li_{1+x}Mn_{2-x}O_4$ seperti *sol-gel* (Michalska, 2011), *solid state* (Zhou, 2004) dan

hydrothermal (Hong Jun, 2009). Atom oksigen menempati posisi ke-32 kristalografi untuk membentuk kisi kubik rapat di mana ion Mn^{3+}/Mn^{4+} dan Li^{+} masing-masing adalah situs oktahedral 16d dan tetrahedral 8a (Gambar 2.3). Dalam konfigurasi ini, tetrahedral LiO_4 mengalami pertukaran masing-masing sisi mereka dengan situs oktahedral kosong 16c.



Gambar 2.3 Struktur $LiMn_2O_4$ spinel a. (111) crystal faces; b. tetrahedral 8a; c. oktahedral 16d (Hui Zhang, 2010)

a. Metode Sol-Gel

Sol-gel merupakan suatu metode untuk membuat material padat dari molekul kecil. Sintesis lithium dengan menggunakan metode sol-gel sudah pernah dilakukan oleh Michalska (2011) dengan tujuan untuk membentuk nano kristal lithium mangan oksida spinel ($LiMn_2O_4$). Michalska menggunakan modifikasi sol-gel dengan penambahan reagen *citric acid* dan *ethylene glycol*. Pada proses ini, dua atau lebih material awal dilarutkan terlebih dahulu, lalu larutan akan berubah secara bertahap membentuk gel yang mengandung fasa solid dan fasa liquid. Setelah itu dilakukan proses pengeringan untuk menghilangkan liquid atau solvent yang tersisa. Selanjutnya di kalsinasi untuk mendapatkan material yang lebih padat dan untuk menginisiasi pertumbuhan butir.

b. Solid State Reaction

Solid state reaction merupakan metode preparasi untuk membentuk solid polikristalin yang berasal dari campuran beberapa material solid di awal. Material solid tidak bereaksi pada temperatur kamar dengan skala waktu normal, untuk membentuk beberapa material solid bereaksi satu dengan lainnya maka perlu dilakukan pemanasan pada temperature tertentu sesuai dengan jenis materialnya agar reaksi yang terjadi berjalan dengan cepat. Faktor-faktor yang mempengaruhi laju reaksi solid state meliputi beberapa hal seperti, kondisi reaksi, sifat struktur reaktan, luas permukaan padatan, reaktivitas material tersebut dan perubahan energi bebas yang terjadi pada reaksi tersebut (West, 1985).

Pembentukan lithium mangan spinel dengan *solid state reactions* sendiri sudah pernah dilakukan sebelumnya dengan reaktan Li_2CO_3 serta MnCO_3 dan $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ serta MnCO_3 (Wang, 2006). Wang mensintesis kedua campuran tersebut dengan melakukan beberapa variasi pada rasio serta temperatur yang berbeda. Dari hasil penelitian tersebut didapatkan hasil bahwa pada temperatur 500°C lithium mangan oksida spinel memiliki sifat adsorpsi lithium terbaik pada larutan air laut buatan.

c. Hidrotermal

Hidrotermal pertama kali dikemukakan oleh ahli geologi asal Jerman yang bernama Karl Emil von Schafhäütl pada tahun 1845 (Byrappa, 2001). Kata hidrotermal berasal dari bahasa Yunani yaitu ‘hydros’ yang berarti air dan ‘termos’ yang berarti panas. Tetapi Byrappa mendefinisikan hidrotermal sebagai reaksi kimia heterogen dengan adanya pelarut (baik itu aqueous maupun non-aqueous) pada temperatur ruang dan pada tekanan yang lebih besar dari 1 atm dalam sistem tertutup. Teknik ini tidak hanya membantu pada proses monodispersi dan homogenitas nanopartikel yang tinggi, tetapi juga bertindak sebagai teknik yang paling menarik untuk pengolahan material nano-hybrid dan nanokomposit (Byrappa, 2007).

Istilah ‘Hidrotermal’ sendiri merupakan istilah geologi yang pertama kali digunakan oleh ahli Geologi Inggris, Sir

Roderick Murchison (1792-1871) untuk mendeskripsikan aksi air pada temperatur dan tekanan yang tinggi, dalam perubahan kerak bumi menuju pembentukan berbagai batuan dan mineral (Byrappa, 2007). Metode hidrotermal merupakan salah satu metode yang paling penting untuk kemajuan dalam mengolah material, terutama karena keuntungannya dalam pengolahan material nanostruktur untuk berbagai aplikasi teknologi seperti elektronik, optoelektronik, katalisis, keramik, penyimpanan data magnetik, biomedis, biophotonik, dan lain-lain.

Sintesis hidrotermal dapat didefinisikan sebagai metode sintesis kristal tunggal yang tergantung pada kelarutan mineral dalam air panas di bawah tekanan tinggi. Pertumbuhan kristal dilakukan dalam suatu alat yang bernama *autoclave* dengan dicampur air. Hidrotermal juga dinilai sangat menguntungkan karena tidak membutuhkan pemanasan pada temperatur yang tinggi, prosesnya sederhana dan tidak membutuhkan reagen yang mahal (Jiang, 2007). Selain itu, Metode hidrotermal memiliki kemampuan untuk membuat fasa kristal tidak stabil pada titik leleh. Metode ini juga sangat cocok untuk pertumbuhan kristal besar yang berkualitas baik dengan tetap mengontrol komposisinya (O'Donoghue, 1983)

Metode hidrotermal sudah pernah dilakukan oleh Jiang (2007) dengan mereaksikan MnO_2 dan LiOH untuk disintesa menjadi LiMn_2O_4 . Pada proses ini, langkah pertama MnO_2 dan LiOH dicampur lalu dimasukkan kedalam autoclave dan dipanaskan di oven dengan temperatur 200°C selama 1-7 hari. Setelah proses hidrotermal, material dicuci dengan aquades dan ethanol beberapa kali lalu dikeringkan. Dari proses ini didapatkan bahwa Nanopartikel LiMn_2O_4 yang memiliki hasil terbaik adalah yang dipanaskan selama 3 hari.

Metode hidrotermal telah memiliki banyak cabang di beberapa ilmu pengetahuan dan teknologi. Hal ini menyebabkan munculnya beberapa teknik yang bersumber pada metode hidrotermal antara lain sintesis hidrotermal, metamorfosis hidrotermal, dehidrasi hidrotermal, dekomposisi hidrotermal,

hidrotermal ekstraksi, sintering hidrotermal, hidrotermal kesetimbangan fasa, dan lain-lain (Perego, 1997).

2.3 Recovery Lithium

Recovery lithium dapat dilakukan dengan beberapa metode sesuai dengan kondisi dari *raw material* dari lithium itu sendiri. Beberapa jenis dari proses *recovery lithium* untuk ekstraksi adalah dengan metode *sulfoating roasting* dan *water leaching* (Yan, 2012). *Roasting* sendiri merupakan suatu proses pirometalurgi dengan cara reaksi solid gas pada temperatur tinggi, hal ini dilakukan untuk memurnikan logam. Sebelum di-*roasting* biasanya mineral dimurnikan dulu dengan cara *froth floatation* pada mineral zinnwaldite (Siame, 2011).

Sementara itu, *water leaching* adalah proses ekstraksi mineral dari solid (yang sebelumnya telah di-*roasting*) dengan cara melarutkannya ke dalam likuid pada temperatur tertentu. Meskipun kandungan lithium dari jenis mineral tinggi namun secara ekonomis proses ekstraksi lithium yang dilakukan sangat mahal. Oleh karena itu proses ekstraksi dengan metode ini tidak terlalu diminati. Pada *raw material* jenis liquid seperti *brines*, air laut serta geothermal fluid dapat dilakukan dalam beberapa metode antara lain *solvent extraction*, *co-precipitation*, dan *adsorption* seperti yang telah dijelaskan oleh Nishihama (2011).

a. *Solvent extractions*

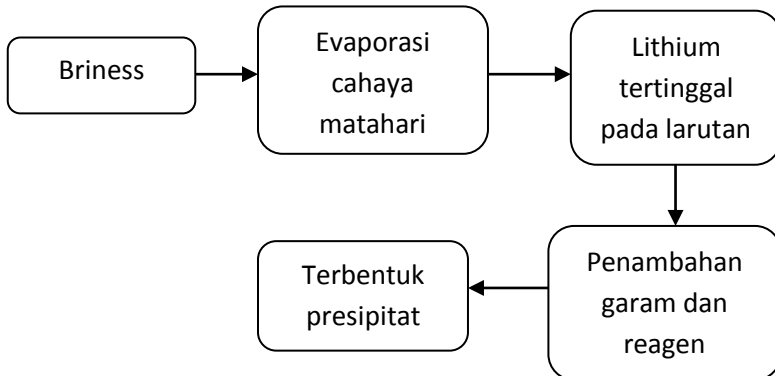
Solvent extraction adalah proses ekstraksi dengan memisahkan zat tertentu dengan menggunakan solvent (pelarut) tertentu yang menyebabkan lithium dapat berpisah dengan larutan *briness* yang sudah ada. Dang (1977) melakukan hal tersebut pada *smackover oilfield water*. *Briness* hasil separasi awal di evaporasi sehingga menyebabkan pengendapan dari sodium klorida dan menguapnya sebagian besar air. Fluida yang sudah melewati proses tadi kini memiliki nama *bittern*. *Bittern* lalu dicampur dengan ether dan DPM atau Dipivaloylmethane pada suatu alat pencampur. Setelah pengadukan, campuran *bittern*, ether dan

DPM dipindahkan ke *settling tank*, pemindahan ini dilakukan untuk memisahkan lapisan air dengan lapisan LiDPM pada ether. Lalu lapisan air dipisahkan ke tower destilasi untuk digunakan sekali lagi. Sedangkan ether dan LiDPM di pindahkan ke tower ekstraksi, dengan penambahan HCl, Lithium akan terpisah dengan DPM. LiCl dari tower ekstraksi dievaporasi untuk menguapkan air dan lalu LiCl di electrolisis untuk memproduksi lithium dan klorin.

b. Metode *Co-precipitation*

Proses *co-precipitation* adalah dengan mengendapkan zat dan menambahkan sebuah presipitat dimana bekerja pada larutan di bawah kondisi normalnya. Sebagian besar metode kopresipitasi diaplikasikan untuk sintesis partikel mikro dan nano. Di sisi lain, dalam analisis elemen seperti yang sering terjadi di Radiokimia, kopresipitasi menjadi satu-satunya cara untuk memisahkan elemen. Selama elemen *host* yang terlalu cair (kurang dari *part per trillion*) untuk mengendapkan dengan cara konvensional, biasanya dikaitkan lagi dengan medium zat pembawanya, suatu zat yang memiliki struktur kristal yang sama yang dapat digabungkan dengan elemen yang diinginkan. Ada tiga mekanisme utama kopresipitasi yakni inklusi, oklusi dan adsorpsi. Sebuah inklusi terjadi ketika pengotor menempati lokasi kisi dalam struktur kristal dari zat pembawa, sehingga menyebabkan cacat kristalografi, ini dapat terjadi ketika jari-jari ionik dan komposisi dari pengotor yang mirip dengan zat pembawa. Sebuah adsorbat merupakan pengotor yang terikat lemah (teradsorpsi) pada permukaan endapan. Sebuah oklusi terjadi ketika pengotor teradsorpsi di dalam kristal dan terlihat seperti tumbuh. Pada tahun 1960, Kaplan melakukan proses ini di Laut Mati. Dimulai dengan melakukan evaporasi dengan cahaya matahari dengan tujuan terbentuknya endapan garam seperti sodium, potassium, dan magnesium klorida. Saat evaporasi dan kristalisasi garam ini, lithium tetap berada pada larutan dan konsentrasinya naik sampai 40 ppm. Lalu setelah evaporasi dilakukan penambahan garam Al

dan reagen alkaline untuk menaikkan pH agar sampai pada titik dimana terjadi presipitasi.



Gambar 2.4 Diagram alir kopresipitasi pada *brines*

c. Adsorpsi dan Desorpsi

Adsorpsi adalah suatu proses yang terjadi ketika suatu fluida, cairan maupun gas, terikat kepada suatu padatan atau cairan (zat penyerap, adsorben) dan akhirnya membentuk suatu lapisan tipis atau film (zat terserap, adsorbat) pada permukaannya. Metode ini adalah salah satu cara recovery lithium pada *brines* atau air laut, secara garis besar inorganic adsorben yang dicelupkan pada air laut atau *brines* akan mengabsorb lithium sehingga bereaksi dan terikat dengan inorganic adsorben. Salah satu contoh inorganic adsorben ialah senyawa $\text{Li}_{1.33}\text{Mn}_{1.67}\text{O}_4$ (Chung, 2004). Dalam adsorpsi digunakan istilah adsorbat dan adsorben, dimana adsorbat adalah substansi yang terjerap atau substansi yang akan dipisahkan dari pelarutnya, sedangkan adsorben adalah merupakan suatu media penyerap yang dalam hal ini berupa senyawa karbon.

Berdasarkan prosesnya adsorpsi dibagi menjadi 2 jenis:

1. Adsorpsi kimia

Adsorpsi kimia terjadi karena adanya reaksi antara molekul-molekul adsorbat dengan adsorben, dimana terbentuk

ikatan kovalen dengan ion. Adsorpsi ini bersifat tidak reversible dan hanya membentuk lapisan (monolayer). Umumnya terjadi pada temperatur tinggi, sehingga panas adsorpsi tinggi. Adsorpsi ini terjadi dengan pembentukan senyawa kimia, hingga ikatannya lebih kuat. Contoh : adsorpsi O₂ pada Hg, HCl, Pt, C.

2. Adsorpsi fisika

Adsorpsi fisika terjadi apabila gaya intermolekuler lebih besar dari gaya tarik antar molekul atau gaya tarik menarik yang relatif lemah antara adsorbat dengan permukaan adsorben. Gaya ini disebut gaya Van Der Waals, sehingga adsorbat dapat bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian permukaan lain dari adsorben. Panas adsorpsi rendah, berlangsung cepat, dan kesetimbangan adsorpsi bersifat reversible (dapat bereaksi balik), dan dapat membentuk lapisan jamak (multilayer). Contoh : adsorpsi gas pada choncosl. (Sukardjo, 1997)

Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Adsorpsi:

a. Adsorben

Tiap jenis adsorben punya karakteristik tersendiri, artinya sifat dasar dari adsorben yang berperan penting.

b. Adsorbat

Dapat berupa zat padat elektrolit maupun non-elektrolit. Untuk zat elektrolit adsorpsinya besar, karena mudah mengion, sehingga antara molekul-molekulnya saling tarik menarik, untuk zat non-elektrolit adsorpsinya sangat kecil.

c. Konsentrasi

Makin tinggi konsentrasi larutan, kontak antara adsorben dan adsorbat akan makin besar, sehingga adsorpsinya juga makin besar.

d. Luas Permukaan

Semakin luas permukaan adsorben, gaya adsorpsi akan besar sebab kemungkinan zat untuk diadsorpsi juga makin luas. Jadi, semakin halus suatu adsorben, maka adsorpsinya makin besar.

e. Temperatur

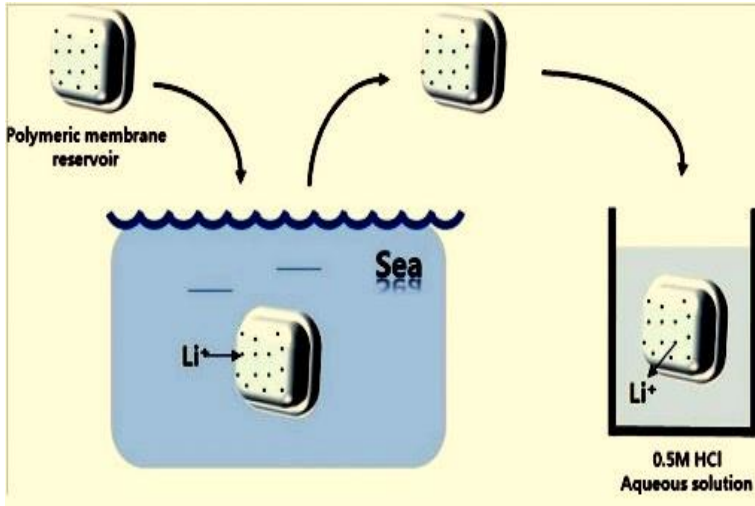
Temperatur tinggi, molekul adsorbat bergerak cepat, sehingga kemungkinan menangkap atau mengadsorpsi molekul-molekul semakin sulit. (Alberty, 1987)

Desorpsi adalah proses pelepasan kembali ion/molekul yang telah berikatan dengan gugus aktif pada adsorben. Salah satu contohnya adalah larutan H_2SO_4 untuk mendesorpsi adsorbat pada adsorben karbon aktif. (Sukardjo, 1997)

d. Membrane Process

Membrane process merupakan salah satu cara *recovery* lithium pada *liquid*, Umeno (2002) melakukan proses tersebut dengan cara menempelkan serbuk lithium mangan oksida spinel pada membran poly(vinyl chloride) (PVC) yang beroperasi pada aliran air laut bertekanan. Namun kekurangan yang terdapat pada yang dilakukan oleh Umeno ialah serbuk lithium mangan spinel tersebut mudah terlepas dari PVC. Berbeda yang dilakukan oleh Chung (2008) dengan menggunakan membrane polimer (polypropylene, polysulfone, polyester) Chung membuat suatu wadah atau bungkus yang berisikan adsorben inorganik dengan tujuan agar adsorben tidak mudah hilang ke air laut. Sehingga membran tersebut bisa dikatakan sebagai wadah dari inorganik adsorben itu sendiri. Membran sendiri merupakan benda yang tipis dan bersifat semipermeabel yang dapat menahan dan melewatkan suatu bahan tertentu. Teknik pemisahan komponen menggunakan membran merupakan cara yang sangat spesifik, karena dapat menahan dan melewatkan salah satu komponen lebih cepat dari komponen zat akan diproses tersebut. Dalam penelitian ini membran berfungsi untuk membungkus adsorben inorganik kemudian mencegah adsorben tidak ikut tercampur dalam larutan air lumpur dan juga dapat menahan unsur lain yang seharusnya tidak teradsorpsi. Cara kerja dari *membrane process* ini dapat dilihat pada gambar 2.5 dengan cara mencelupkan membran polimer yang berisi adsorben kedalam air laut, lalu adsorben akan bereaksi dengan lithium di air laut sehingga

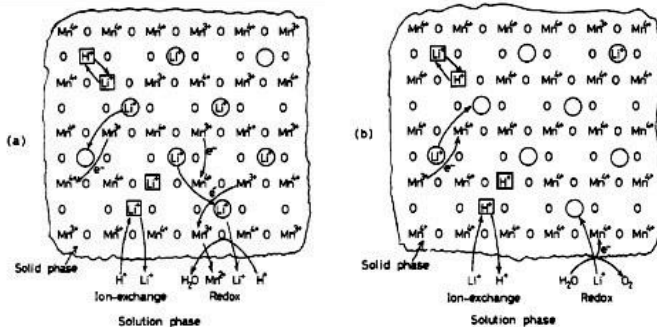
lithium terserap kedalam membrane polimer. Lalu langkah selanjutnya mengekstraksi lithium dengan mencelupkan membran kedalam HCl.



Gambar 2.5 Ilustrasi dari *membrane process*

2.4 Proses *extraction* dan *insertion* lithium pada Lithium Mangan Oksida

Lithium Mangan Oksida memiliki sifat yang sangat baik apabila digunakan sebagai inorganic adsorben untuk proses recovery lithium karena pada senyawa ini jenis perpindahan ion lithium adalah topotactical yang mana pergerakan dari ion tidak akan merusak struktur spinel yang terbuat dari mangan dan oksigen. Disebutkan juga bahwa Lithium mangan oksida yang berstruktur spinel memiliki kemampuan interkalasi 3 Dimensi, hal ini menyebabkan bahan adsorben ini mampu disisipi oleh ion lithium dari 3 arah (Etty, 2007).



Gambar 2.6 Skema dari model lithium *extraction* (a) dan lithium *insertion* (b) dibuat oleh Feng (1992); \circ , *redox-type*; \square , *ion exchange type*

Feng pada tahun 1992 melakukan penelitian terhadap proses ekstraksi dan *insertion* ion lithium pada lithium mangan oksida spinel untuk mengkarakterisasi proses apa yang terjadi. Dari hasil penelitiannya didapatkan model seperti gambar 2.6 yang dapat kita lihat diatas, pada model yang diusulkan Feng tersebut ada 2 jenis reaksi yang menyebabkan ion lithium berpindah, yang pertama ialah *ion-exchange* dan yang kedua adalah *redox*. Perpindahan dengan sistem *ion-exchange* terjadi dengan bertukarnya ion lithium dengan ion hydrogen pada larutan tanpa bereaksi dengan mangan. Sedangkan pada sistem redox terjadi reaksi dengan mangan, reaksi dengan mangan mengindikasikan reaksi tidak lagi *Topotactical*, karena dengan bereaksinya mangan maka akan terjadi perubahan dari sistem kristal. Sistem redox dan *ion-exchange* sendiri terbentuk karena dipengaruhi oleh proses preparasi yang dilakukan (Ooi, 1990).

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB III METODOLOGI

3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

- a. LiOH (Merck 98%)
- b. MnO₂ (Merck 96%)
- c. Lumpur Sidoarjo
- d. Aquades
- e. Ethanol (Merck 99%)
- f. Membran Kimtech®
- g. Larutan HCl

3.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

1. Neraca Analitik (Digital)
Digunakan untuk menimbang massa senyawa LiOH·H₂O dan MnO₂·S
2. Autoclave
Digunakan untuk proses hidrotermal.
3. Furnace
Digunakan untuk pemanasan pada proses hidrotermal.
4. Magnetic Stirrer
Digunakan untuk melakukan proses *drying* dan kalsinasi agar terbentuk lithium Mangan Oksida Spinel.
5. Sentrifuge
Digunakan untuk memisahkan liquid dengan solid yang ada pada Lumpur Sidoarjo.
6. ICP (Induced Coupled Plasma)
Digunakan untuk mengetahui kandungan litium pada lumpur sidoarjo serta pada HCl setelah proses ekstraksi oleh lithium mangan oksida spinel.
7. SEM (Scanning Electron Microscope)
Digunakan untuk mengetahui bentuk bentuk dan morfologi dari butir yang terbentuk setelah proses sol-gel.

8. BET (Brunner Emmet Teller)

Digunakan untuk mengetahui luas permukaan aktif pada hasil Lithium Mangan Oksida Spinel yang telah dikalsinasi.

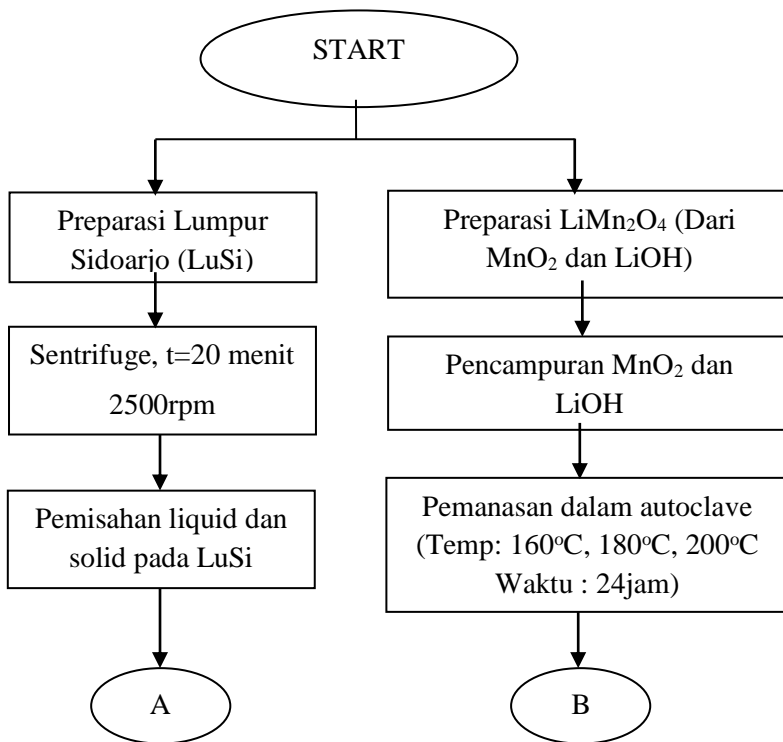
9. XRD (X-ray Diffraction)

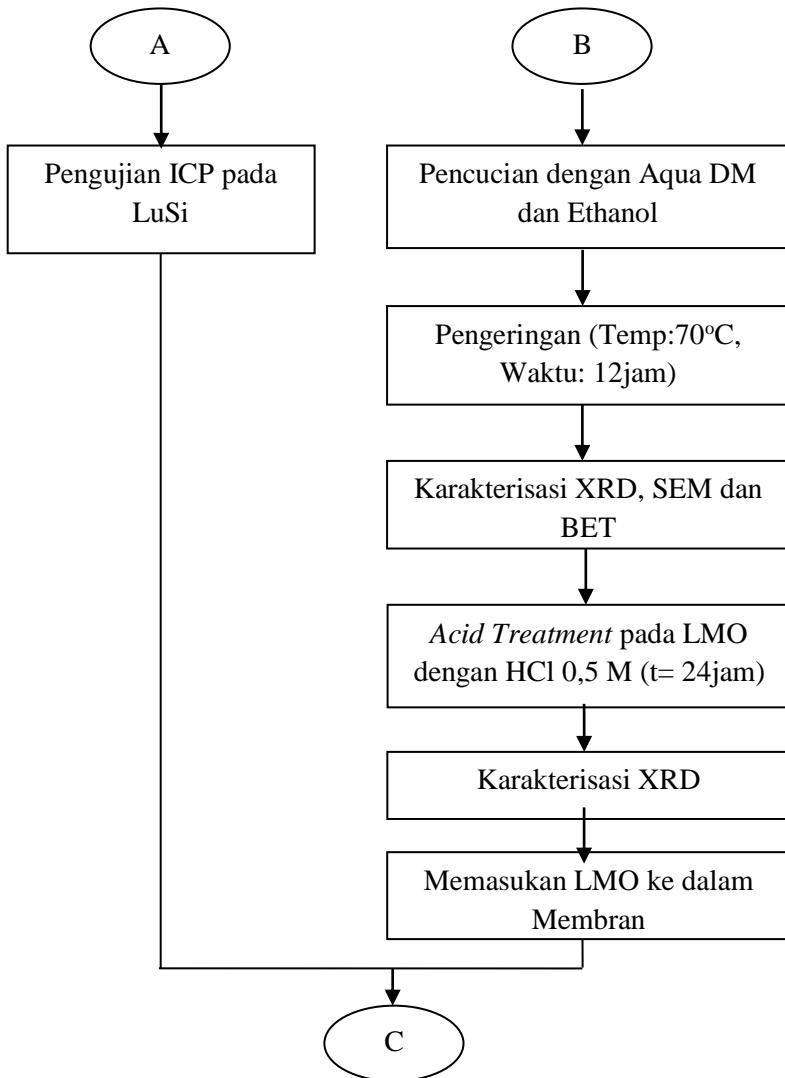
Digunakan untuk mengetahui apakah fasa Lithium Mangan Oksida Spinel terbentuk atau tidak dalam material hasil kalsinasi.

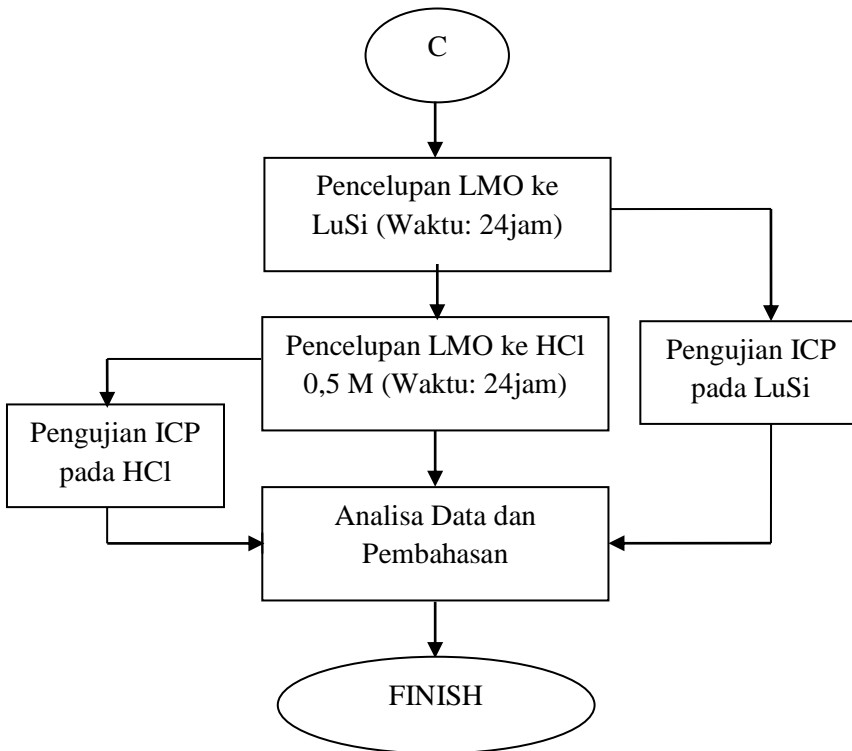
10. EVA Hot Melt Adhesive

Digunakan untuk *sealing* pada membran Kimtech®

3.3 Diagram Alir Penelitian







3.4 Metode Penelitian

3.4.1 Preparasi Litium Mangan Oksida

1. Litium mangan oksida spinel nanopartikel di buat dengan proses hidrotermal dari 2 senyawa yaitu MnO_2 dan LiOH . Pertama, dilakukan proses pencampuran antar 2 senyawa dengan magnetic stirrer. Reaksi yang terjadi :



2. Campuran MnO_2 dan LiOH dimasukan ke dalam autoclave, kemudian dilakukan pemanasan pada oven dengan temperatur 160°C , 180°C , 200°C dengan waktu 24jam.
3. Setelah pemanasan, melakukan pencucian dengan Aqua Destilled Water dan Ethanol pada temperatur kamar dengan menggunakan setrifuge.
4. Melakukan kembali pemanasan dengan tujuan pengeringan pada campuran MnO_2 dan LiOH dengan temperatur 70°C selama 3 jam.
5. Setelah selesai proses hidrotermal, melakukan karakterisasi dengan BET untuk mengetahui luas permukaan dari campuran, XRD untuk mengetahui struktur kristal dari campuran, dan SEM untuk mengetahui morfologi dari campuran.
6. Kemudian melakukan *Acid Treatment* pada campuran MnO_2 dan LiOH dengan mencelupkan ke dalam HCl 0.5 M selama 48 jam.
7. Kembali melakukan pengujian XRD untuk membandingkan struktur kristal yang terbentuk.
8. Memasukkan adsorben yaitu LMS dengan temperatur pemanasan 160°C , 180°C dan 200°C ke dalam kantong yang terbuat dari membran Kimtech, kemudian di *sealing* dengan *EVA Hot Melt Adhesive*.
9. Setelah itu, melakukan proses ekstraksi ke dalam Lumpur Sidoarjo.

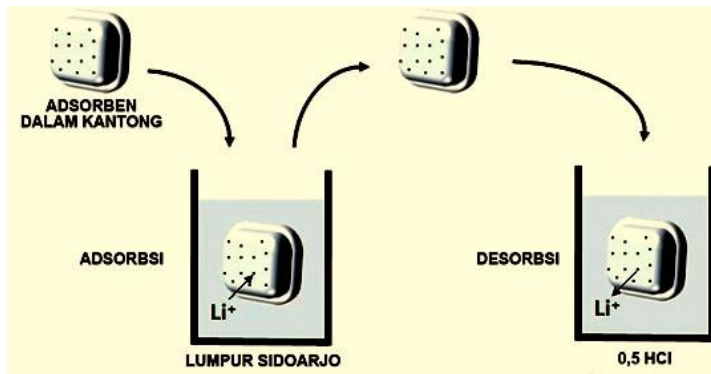
3.4.2 Preparasi Lumpur Sidoarjo

1. Melakukan pemisahan antara solid dan liquid pada Lumpur Sidoarjo, karena Lumpur Sidoarjo yang didapat berupa campuran solid dan liquid. Dengan menggunakan setrifuge selama 20 menit dan kecepatan putaran 2500rpm.

2. Setelah solid terpisah pada Lumpur Sidoarjo, melakukan pengujian ICP pada liquid Lumpur Sidoarjo untuk mengetahui jumlah kadar litium yang terdapat didalamnya.

3.4.3 Proses Adsorpsi dan Desorpsi Litium

1. Kadar ICP hasil Lumpur Sidoarjo dijadikan sebagai acuan dari kadar litium yang terdapat pada Lumpur Sidoarjo.
2. LMS dengan temperatur pemanasan 160°C, 180°C dan 200°C yang sudah di acid treatment masing-masing dicelupkan kedalam Lumpur Sidoarjo selama 24 jam untuk proses adsorpsi Litium.
3. Kemudian mengeluarkan masing-masing LMS dari Lumpur Sidoarjo dan memasukkan ketiga LMS kedalam larutan 0.5 M HCl selama 48 jam untuk proses ekstraksi Litium.
4. Menguji Lumpur Sidoarjo yang sudah dicelup oleh LMS dengan temperatur pemanasan 160°C, LMS dengan temperatur pemanasan 180°C dan LMS dengan temperatur pemanasan 200°C dengan ICP untuk mengetahui jumlah Lithium yang di absorb oleh masing-masing LMS.
5. Menguji Larutan HCl yang digunakan ekstraksi dengan ICP untuk mendapatkan kadar litium yang diekstrak oleh masing-masing LMS
6. Membandingkan litium yang diserap dengan yang diekstrak oleh masing-masing LMS untuk mendapatkan nilai efisiensi masing-masing.

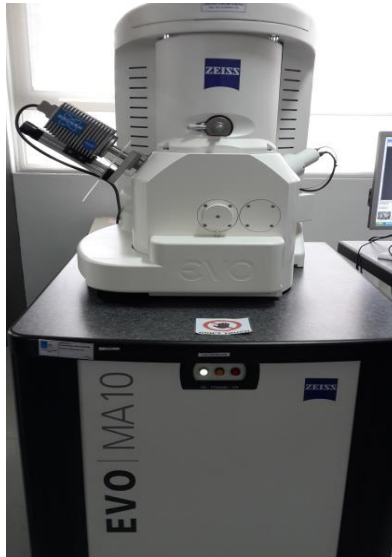


Gambar 3.1 Skema percobaan Adsorpsi dan Desorpsi Lithium

3.5 Pengujian

3.5.1 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope adalah mikroskop elektron yang memanfaatkan sinar elektron berenergi tinggi dalam pola *raster scan* sehingga dapat menampilkan gambar morfologi sampel dengan perbesaran antara 1000-100.000x. Fungsi utama SEM adalah mengetahui morfologi permukaan dari sampel padat dan digunakan untuk pengukuran langsung ukuran kristal (Niwa, 2010). Cara kerja SEM adalah dengan menembakkan elektron dari *electron gun* lalu melewati *condensing lenses* dan pancaran elektron akan diperkuat dengan sebuah kumparan, setelah itu elektron akan difokuskan ke sampel oleh lensa objektif yang ada dibagian bawah. Pantulan elektron yang mengenai permukaan sampel akan ditangkap oleh *backscattered electron detector* dan *secondary electron detector* yang kemudian diterjemahkan dalam bentuk gambar pada display monitor.



Gambar 3.2 Alat uji SEM

Alat uji SEM yang digunakan adalah Zeiss EVO MA10. Sampel yang digunakan berupa serbuk yang diletakkan pada *holder* dengan menggunakan selotip karbon *double tape*. Lalu, sampel dimasukkan dalam *specimen chamber* pada alat SEM. Sampel Lithium mangan spinel diamati dengan berbagai perbesaran untuk dapat memahami morfologi dari setiap lithium mangan oksida spinel yang terbentuk.

3.5.2 X-ray Diffraction (XRD)

X-ray diffraction adalah suatu metode yang digunakan untuk mengidentifikasi unsur/senyawa secara kualitatif dan untuk menentukan komposisi secara kuantitatif. Lalu pengamatan dengan mikroskop akan menjelaskan bagaimana distribusi fasa yang teridentifikasi berdasarkan hasil XRD. Sehingga untuk keperluan identifikasi material yang tidak diketahui, contohnya material baru hasil reaksi, maka cukup dilakukan dua pengujian saja yaitu XRD dan juga SEM.



Gambar 3.3 Alat pengujian *X-Ray Diffraction*

Pengujian XRD secara garis besar memanfaatkan difraksi dari sinar-x untuk mendapatkan data-data yang dibutuhkan. Cara kerja XRD adalah dengan generator bertegangan tinggi yang berfungsi sebagai pembangkit daya sumber sinar-x, lalu sampel yang sudah dipreparasi diletakkan diatas wadah yang sudah disediakan. Setelah itu berkas sinar-x ditembakkan ke sampel dan sinar-x didifraksikan oleh sampel tersebut, kemudian sinar-x yang terdifraksi tadi masuk ke alat penerima berkas yang nantinya data tersebut akan diolah lebih lanjut dan lalu diterjemahkan menjadi bentuk spectroscopy/kurva.

Hasil proses hidrotermal antara LiOH dan MnO_2 yang membentuk Lithium Mangan Oksida Spinel akan melalui pengujian XRD agar dapat diketahui apakah fasa yang terbentuk dari hasil sintesis tersebut sudah sesuai dengan hipotesa awal.

3.5.3 BET (Braunnet-Emmet-Teller)

Pengujian BET ini dilakukan untuk mengetahui luas permukaan spesifik dari Lithium Mangan Oksida Spinel yang dihasilkan dari proses hidrotermal yang telah dilakukan antara LiOH dengan MnO_2 . Luas permukaan spesifik adalah luas permukaan partikel tiap satuan massa atau volume dari material. Pada gambar 3.4 dapat dilihat alat uji BET Quanchrome AsiQwin. Prinsip kerja pengujian ini adalah dengan memanfaatkan daya serap dari sampel yang berupa serbuk terhadap volume gas yang terserap kedalamnya. Secara umum padatan menyerap gas yang terikat secara perlahan karena efek dari gaya Van der Waals sehingga area permukaan pengukuran dapat dilihat dari banyaknya gas yang teradsorpsi. Adsorpsi terus terjadi sampai konsentrasi dalam fasa gas setimbang. Sampel yang dibutuhkan untuk pengujian minimal bermassa 0.1g.



Gambar 3.4 Alat Pengujian BET (Braunnet Emmet Teller)

3.5.4 ICP (Induced Coupled Plasma-AES)

Induced Coupled Plasma adalah suatu jenis pengujian atau teknik analisa untuk mendeteksi unsur yang terdapat pada suatu material. Pengujian ini termasuk tipe spektroskopi emisi yang menggunakan plasma yang di induksi untuk memproduksi atom dan ion yang tereksitasi dan dari atom atau ion yang tereksitasi ini akan memancarkan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang khusus sesuai dengan elemen tersebut. Intensitas dari emisi tersebut yang akan mengindikasikan konsentrasi dari sebuah elemen yang terdapat dalam sampel (Koninklijke, 2008).

Sebelum melakukan pengujian ICP, Lumpur Sidoarjo harus dipreparasi terlebih dahulu, yaitu dengan sentrifuge agar likuid serta solid yang terdapat pada Lumpur Sidoarjo dapat dipisahkan. Hal tersebut adalah standar pengujian ICP yang harus dilakukan karena sampel tidak boleh mengandung endapan.



Gambar 3.5 Alat pengujian ICP

3.6 Rancangan Penelitian

Tabel 3.1 Rancangan Pengujian Lithium Mangan Oksida Spinell

	SEM	XRD	BET	ICP
LiMn ₂ O ₄ (temperatur 160°C)	v	v	v	v
LiMn ₂ O ₄ (temperatur 180°C)	v	v	v	v
LiMn ₂ O ₄ (temperatur 200°C)	v	v	v	v
Lumpur Sidoarjo	x	x	x	v

Tabel 3.2 Rancangan Pengujian ICP

LiMn ₂ O ₄	Li LuSi sebelum <i>recovery</i> (ppm)	Li LuSi setelah adsorpsi (ppm)	Li terabsorp (ppm)	Efisiensi adsorpsi (%)	Li di HCl setelah desorpsi (ppm)	Adsorpsi / Desorpsi (%)
Temperatur 160°C	X	Y ₁	X-Y ₁ =Z ₁	V ₁	W ₁	W ₁ /Z ₁
Temperatur 160°C	X	Y ₂	X-Y ₂ =Z ₂	V ₂	W ₂	W ₂ /Z ₂
Temperatur 160°C	X	Y ₃	X-Y ₃ =Z ₃	V ₃	W ₃	W ₃ /Z ₃

BAB IV

ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

Sintesis Lithium Mangan Oksida spinel (LiMn_2O_4) telah dilakukan dengan metode hidrotermal (Jiang dkk., 2007). LiMn_2O_4 digunakan sebagai adsorben untuk proses adsorpsi dan desorpsi ion lithium pada Lumpur Sidoarjo (Chung, 2004). Lithium Mangan Oksida (LiMn_2O_4) disintesis menggunakan prekursor Lithium Hidroksida (LiOH) dan Mangan Oksida (MnO_2) dengan variasi temperatur hidrotermal yaitu 160°C , 180°C dan 200°C selama 24 jam. Setelah proses hidrotermal selesai, serbuk hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD (*X-ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*), dan BET (*Brunauer-Emmett-Teller*).

Senyawa LiMn_2O_4 digunakan sebagai adsorben yang dimasukkan kedalam membran *kimtech* untuk melakukan proses *acid treatment* dengan larutan HCl 0,5 molar selama 24 jam agar terjadi proses Ion-Exchange (Feng, 1992). Setelah itu melakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui hasil pertukaran ion. Kemudian melakukan proses adsorpsi setelah senyawa yang diproses *acid treatment* dengan memasukkan kedalam Lumpur Sidoarjo selama 24 jam. Kemudian memasukkan adsorben kedalam HCl selama 24 jam untuk melakukan proses desorpsi. Lalu larutan Lumpur Sidoarjo dan HCl hasil proses adsorbs dan desorpsi diuji dengan ICP (*Inductively Coupled Plasma*) untuk mengetahui kandungan ion lithium.

4.1 Sintesis LiMn_2O_4

Sintesis LiMn_2O_4 dilakukan dengan variasi temperatur 160°C , 180°C dan 200°C selama 24 jam menggunakan metode hidrotermal. Proses pencampuran menggunakan 0,132 gram LiOH dan 0,957 gram MnO_2 dengan penambahan H_2O sebanyak 128,5 ml (Jiang, 2007). Lalu melakukan proses pengadukan

menggunakan *magnetic stirrer* selama 20 menit agar campuran menjadi homogen sehingga distribusi dan komposisinya merata.



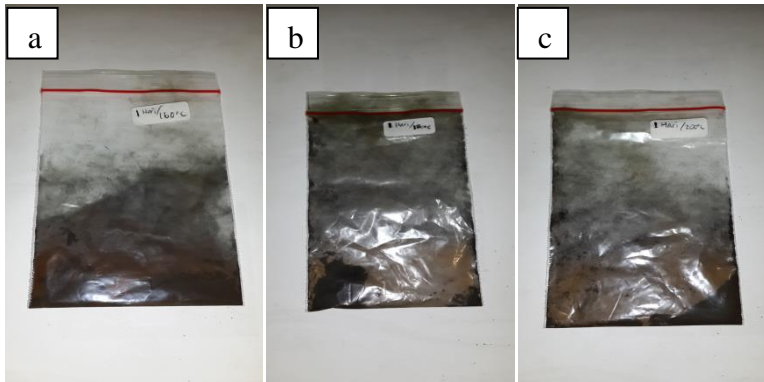
Gambar 4.1 Proses pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 20 menit

Setelah itu memasukkan campuran senyawa kedalam *autoclave* dengan volume 150 ml lalu dipanaskan dalam furnace dengan temperatur 160°C, 180°C dan 200°C selama 24 jam. Metode hidrotermal melibatkan air dan panas, yang mana campuran tersebut dipanaskan pada temperatur tinggi dalam wadah yang tertutup rapat (Byrappa, 2007). Hal tersebut dilakukan agar terjadi keseimbangan antara uap air dan larutan sehingga tidak ada uap air yang menguap dan komposisi larutan tetap.



Gambar 4.2 Proses pemanasan hidrotermal dalam furnace

Selanjutnya melakukan proses pencucian beberapa kali dengan campuran ethanol dan aquades dengan perbandingan volume 1:1, lalu dilakukan proses pengeringan (drying) dengan temperatur 70°C selama beberapa jam untuk menghilangkan sisa air setelah proses pencucian.



Gambar 4.3 Serbuk LiMn_2O_4 hasil sintesis selama 24 jam dengan temperatur (a) 160°C, (b) 180°C dan (c) 200°C

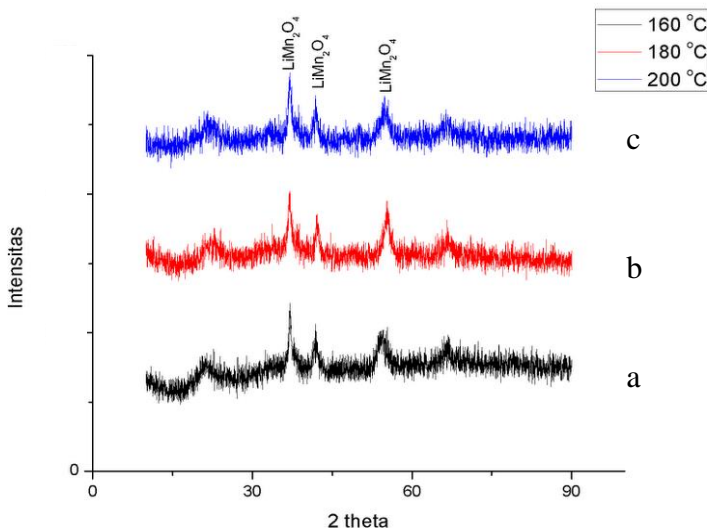
Setelah proses sintesis LiMn_2O_4 selesai dilakukan, senyawa dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur kristal dari serbuk, SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui morfologinya dan BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) untuk mengetahui luas permukaan dari serbuk.

4.2 Karakterisasi LiMn_2O_4

Karakterisasi dalam pengujian sintesis LiMn_2O_4 digunakan untuk mengetahui perbedaan hasil sintesis hidrotermal yang telah dilakukan dengan variasi temperatur 160°C, 180°C dan 200°C selama 24 jam. Berikut ini merupakan hasil karakterisasi yang telah dilakukan.

4.2.1 Pengujian XRD (*X-ray Diffraction*)

Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan instrumen *X-ray Diffraction* untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk. Hasil karakterisasi tersaji pada Gambar 4.1 dan puncak khas yang muncul ditunjukkan pada Tabel 4.1. Pada Gambar 4.1 (a) menunjukkan sintesis LiMn_2O_4 (Lithium Mangan Oksida) dengan metode hidrotermal pada temperatur (a) 160°C (b) 180°C dan (c) 200°C selama 24 jam.



Gambar 4.4 Difraktogram Sintesis LiMn_2O_4 (Lithium Mangan Oksida) dengan metode hidrotermal pada temperatur (a) 160°C (b) 180°C dan (c) 200°C selama 24 jam.

Berdasarkan hasil XRD menunjukkan bahwa hasil sintesis yang terbentuk menunjukkan kesesuaian dengan kartu PDF (00-35-0782) dimana struktur kristalnya adalah

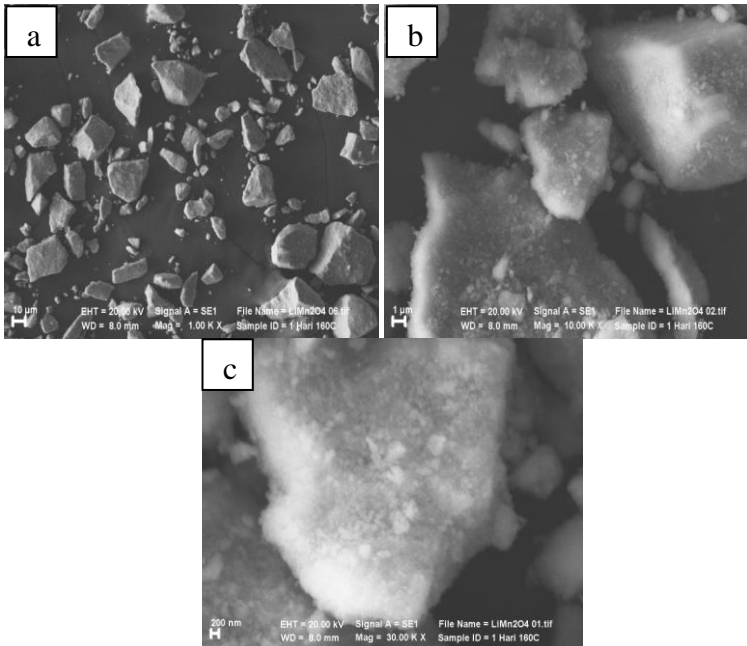
cubic(spinel). Dan puncak-puncak khas tersaji pada Tabel 4.1 sebagai berikut.

Tabel 4.1 Perbandingan Puncak LiMn_2O_4 pada pola *X-ray Diffraction*.

Referensi PDF no. 00-035-0728	Temperatur 160°C	Temperatur 180°C	Temperatur 200°C
2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)
19	21	22	21
36	38	37	37
44	42	42	42
48	50	49	48
58	55	56	56
64	67	66	65
67	69	69	69

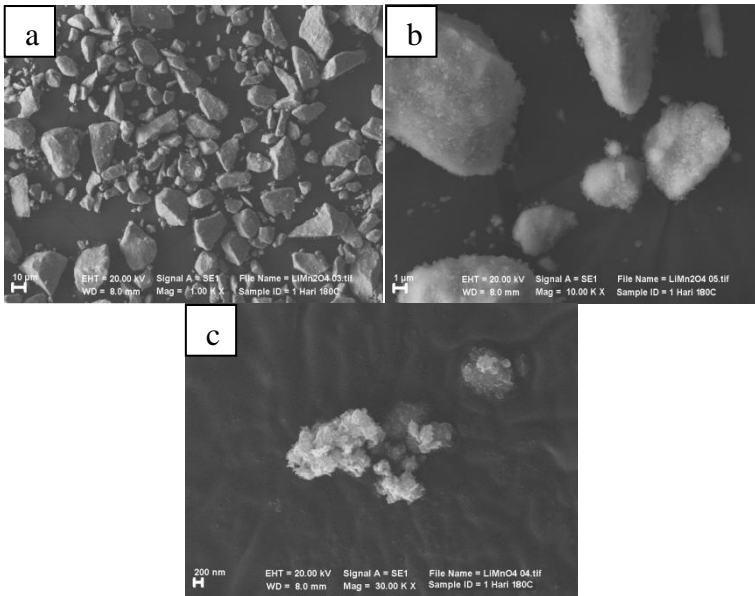
4.2.2 Pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Pengujian SEM dilakukan untuk menganalisa morfologi dari senyawa hasil sintesis. Alat SEM yang digunakan adalah Zeiss EVO MA10. Gambar 4.5 menunjukkan hasil SEM dari senyawa LiMn_2O_4 dengan temperatur hidrotermal 160°C. Pada gambar dengan perbesaran 1000x menunjukkan bahwa butiran senyawa besarnya tidak beraturan dengan ukuran butir rata-rata 10-30 μm . Pada perbesaran 30000x terlihat bahwa terjadi aglomerasi pada butiran senyawa yang menyebabkan ukuran partikel terlihat lebih besar. Dari hasil SEM ini terlihat pula bahwa hampir tidak ada porositas yang terjadi.



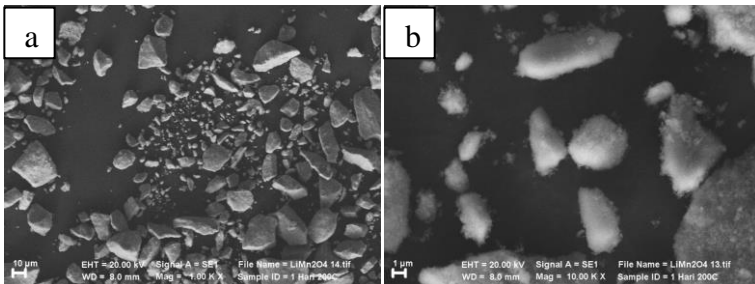
Gambar 4.5 Hasil uji SEM LiMn_2O_4 temperatur 160°C dengan perbesaran (a) 1000x, (b) 10000x dan (c) 30000x

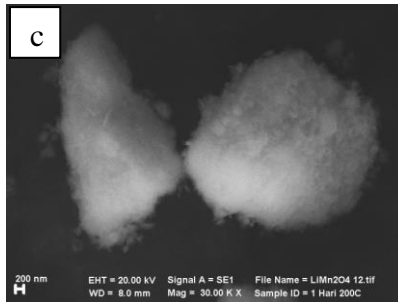
Pada gambar 4.6 menunjukkan hasil SEM dari LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan 180°C . Terlihat bahwa bentuk butirannya masih tidak beraturan dengan ukuran butir yang bervariasi sekitar $5\text{-}30\text{ }\mu\text{m}$. Pada perbesaran 30000x terlihat bahwa terdapat sebagian partikel yang berukuran. Pada senyawa ini hampir tidak terlihat adanya porositas, namun partikel cenderung membentuk aglomerasi.



Gambar 4.6 Hasil uji SEM LiMn_2O_4 temperatur 180°C dengan perbesaran (a) 1000x, (b) 10000x dan (c) 30000x

Pada gambar 4.7 merupakan hasil SEM dari LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan 200°C . Butiran senyawa LiMn_2O_4 terlihat sedikit lebih kecil dengan ukuran rata-rata antara 1-30 μm . Porositas hampir tidak ada dan dari perbesaran 30000x terlihat masih ada aglomerasi antar partikel.





Gambar 4.7 Hasil uji SEM LiMn_2O_4 temperatur 200°C dengan perbesaran (a) 1000x, (b) 10000x dan (c) 30000x

Berdasarkan hasil SEM dari LiMn_2O_4 yang telah disintesis dengan metode hidrotermal, terlihat bahwa tidak banyak perbedaan morfologi antara variasi temperatur pemanasan 160°C , 180°C dan 200°C . Ketiga senyawa memiliki ukuran butir yang bervariasi dan tidak beraturan. Hal ini dapat terjadi karena pertumbuhan kristal tidak dapat dikontrol pada saat proses sintesis hidrotermal. Aglomerasi juga terjadi pada ketiga senyawa karena adanya tegangan permukaan pada saat proses pemanasan yang memakan waktu cukup lama. Pengumpulan kristal atau aglomerasi dimungkinkan untuk terjadi agar tegangan permukaan pada material saat proses sintesis dapat berkurang.

4.3 Proses Adsorpsi dan Desorpsi

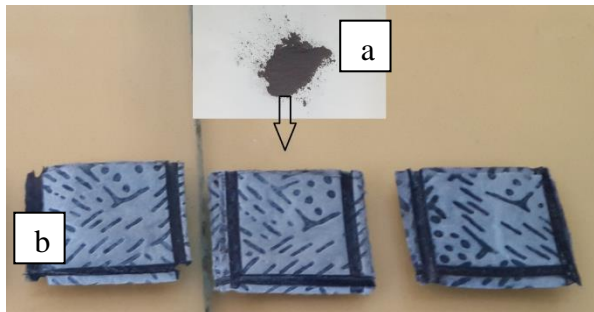
4.3.1 Pengujian ICP pada Lumpur Sidoarjo

Pengujian ICP pada Lumpur Sidoarjo dilakukan untuk mengetahui kadar Li^+ sebelum dilakukan proses adsorpsi dan desorpsi ion Li^+ . Dari pengujian ICP didapatkan kandungan ion lithium yang ada pada lumpur sidoarjo sebesar 15,985 ppm. Hasil ini jauh lebih besar dibandingkan dengan penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti dari Jepang yaitu Wataru Tanikawa yang menyebutkan bahwa kandungan ion lithium pada Lumpur Sidoarjo jumlahnya kurang lebih sebesar 6 ppm. Perbedaan yang

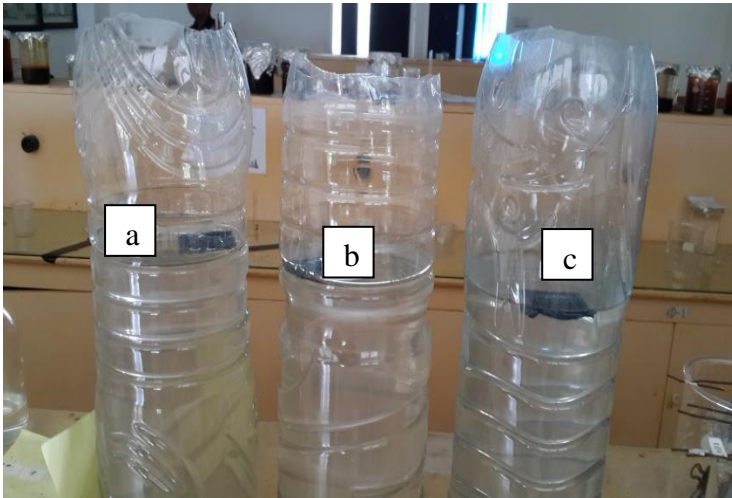
cukup besar ini bisa terjadi karena mungkin pada saat pengambilan sampel lumpur sidoarjo lokasinya sedikit berbeda. Selanjutnya, kadungan Li^+ sebesar 15.985 ppm ini akan dijadikan acuan untuk proses selanjutnya yaitu adsorbs dan desorpsi.

4.3.2 Proses *Acid Treatment*

Selanjutnya setelah proses karakterisasi selesai, dilakukan proses acid treatment yang bertujuan sebagai pertukaran antara ion Li^+ pada Lithium Mangan Oksida dengan H^+ pada larutan 0.5M HCl. Pertama senyawa LiMn_2O_4 dimasukkan kedalam membran polimer yang telah disiapkan sebelumnya. Berat dari senyawa Lithium Mangan Oksida adalah 0,1 gram. Setelah senyawa masuk kedalam membran, membran dicelupkan kedalam larutan HCl 0,5 M dengan volume 2 liter selama 24 jam.

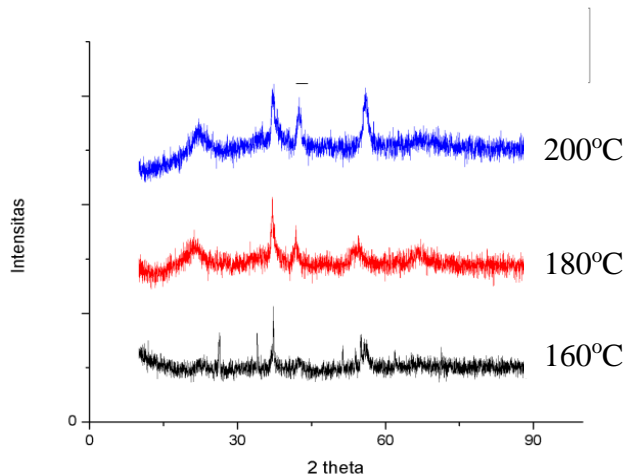


Gambar 4.8 (a) senyawa LiMn_2O_4 dimasukkan kedalam
(b) membran polimer *Kimtech*



Gambar 4.9 Proses *acid treatment* pada 2 liter HCl 0,5 M dengan 3 variasi pemanasan LiMn_2O_4 yaitu (a) 160°C (b) 180°C dan (c) 200°C

Kemudian senyawa LiMn_2O_4 yang telah dilakukan proses *acid treatment*, dikarakterisasi XRD lagi untuk mengetahui perubahan yang terjadi. Pada gambar 4.10 merupakan hasil XRD LiMn_2O_4 setelah proses acid treatment.



Gambar 4.10 Hasil uji XRD LiMn_2O_4 setelah *acid treatment*

Pada hasil XRD setelah proses *acid treatment*, terjadi pergeseran puncak 2teta pada difraktogram seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.10 dan juga pada tabel 4.3 dibawah yang menunjukkan perbedaan atau pergeseran puncak pada 2 theta antara sebelum dan setelah proses *acid treatment*.

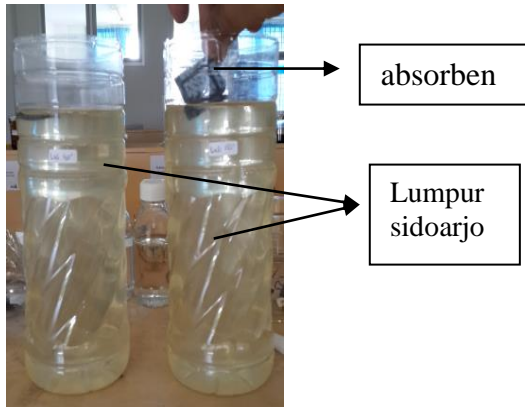
Tabel 4.2 Pergeseran puncak 2 theta sebelum dan sesudah proses *acid treatment*

Sebelum <i>acid treatment</i>			Setelah <i>acid treatment</i>		
160°C	180°C	200°C	160°C	180°C	200°C
2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)	2θ (°)
21	22	21	27	21	22
38	37	37	38	38	38
42	42	42	43	42	43
50	49	48	51	50	50
55	56	56	56	54	58
67	66	65	66	62	63
69	69	69	71	68	69

Walaupun tidak banyaknya pergeseran yang terjadi, hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi pertukaran ion Li^+ pada Lithium Mangan Oksida dengan ion H^+ pada HCl 0,5 M. Namun tidak diketahui berapa banyak ion Li^+ yang telah bertukar posisi dengan ion H^+ . Struktur kristal dari lithium mangan oksida sendiri tidak banyak berubah, hal tersebut menunjukkan bahwa senyawa ini bersifat topotaktis yang berarti struktur kristal tidak banyak berubah dengan keluar atau masuknya ion Li^+ pada lithium mangan oksida. Tujuan dari pertukaran ini adalah untuk membuka ruang (vacant) pada senyawa Lithium Mangan Oksida (LiMn_2O_4) sehingga terdapat ruang untuk masuknya ion Li^+ pada Lumpur Sidoarjo saat proses adsorpsi. Setelah proses *acid treatment* selesai, dilanjutkan dengan proses adsorpsi pada lumpur sidoarjo.

4.3.3 Proses Adsorpsi Pada Lumpur Sidoarjo

Proses selanjutnya adalah adsorpsi ion Li^+ pada lumpur sidoarjo. Secara garis besar prosesnya adalah dengan mencelupkan *inorganic* absorben pada air laut atau *brines* yang akan mengabsorb lithium sehingga bereaksi dan terikat dengan *inorganic* absorben seperti yang telah dilakukan oleh Chung(2004). Hal ini bertujuan untuk menukar kembali ion Li^+ yang ada pada lumpur sidoarjo dan masuk kedalam ruang kosong yang terdapat pada adsorben. Caranya adalah senyawa LiMn_2O_4 yang telah di *acid treatment* dan diuji XRD kembali dimasukkan kedalam membran kimtech. Lalu membran dicelupkan kedalam cairan lumpur lapindo yang telah dipreparasi sebelumnya sebanyak satu liter. Proses pencelupan berlangsung selama 24 jam.

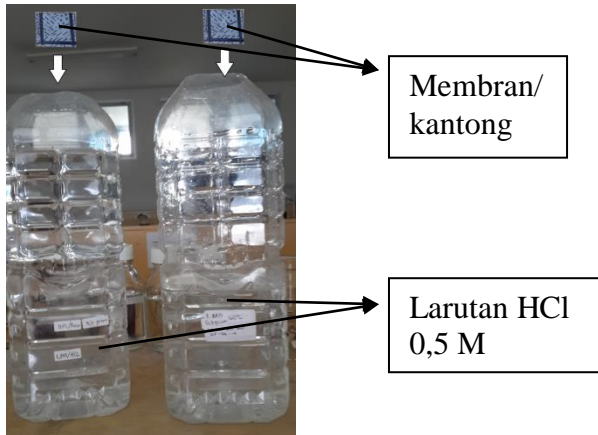


Gambar 4.11 Proses pencelupan membran/absorben pada 1 liter lumpur sidoarjo selama 24 jam

Selanjutnya lumpur sidoarjo yang telah dilakukan proses adsorpsi diuji kandungan Li^+ untuk mengetahui jumlah ion Li^+ yang teradsorpsi. Alat uji yang digunakan adalah ICP (Induced Coupled Plasma).

4.3.4 Proses Desorpsi Pada Larutan HCl

Setelah proses adsorpsi pada lumpur sidoarjo selesai dilakukan, selanjutnya melakukan proses desorpsi pada adsorben dengan menggunakan larutan 0,5 M HCl sebanyak 2 liter. Tujuannya adalah untuk pertukaran ion antara Li^+ pada Lithium Mangan Oksida dengan H^+ pada larutan 0.5M HCl. Caranya adalah senyawa LiMn_2O_4 yang telah di adsorpsi dicelupkan kembali kedalam 2 liter larutan 0,5 M HCl selama 24 jam. Proses desorpsi ini prinsipnya sama dengan proses acid treatment yang telah dilakukan sebelumnya. Proses desorpsi ini dilakukan agar dapat mengetahui dan membandingkan terhadap kemampuan adsorpsi.



Gambar 4.12 Proses pencelupan membran berisi LiMn_2O_4 kedalam 2 liter HCl 0,5 M

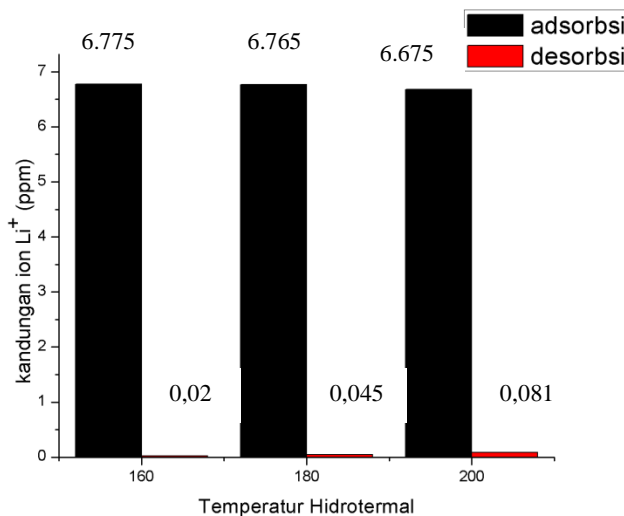
Selanjutnya Larutan HCl yang telah melalui proses desorpsi diuji kandungan ion Li^+ nya untuk mengetahui seberapa banyak kandungan Li^+ dari absorben yang masuk kedalam larutan HCl 0,5 M. Dalam pengujian ini alat yang digunakan adalah ICP (Induced Coupled Plasma).

4.4 Pengujian ICP (Induced Coupled Plasma)

Setelah selesai melakukan proses adsorpsi dan desorpsi selanjutnya cairan lumpur sidoarjo dan larutan HCl 0,5 M diuji kandungan ion Li^+ -nya. Alat yang digunakan untuk pengujian ini adalah ICP. Seperti yang telah dicantumkan sebelumnya bahwa kandungan awal ion lithium pada lumpur sidoarjo adalah 15,985 ppm. Untuk menghitung jumlah ion Li^+ yang teradsorpsi yaitu dengan menghitung selisih antara kandungan awal dengan kandungan setelah proses adsorpsi. Pada tabel 4.4 dan gambar 4.13 dapat dilihat kandungan ion Li^+ dari lumpur sidoarjo dan larutan HCl 0,5 M.

Tabel 4.3 Kandungan ion Li^+ pada lumpur sidoarjo dan larutan HCl 0,5 M

	Kandungan ion Li^+ (ppm)		
	160°C	180°C	200°C
Lumpur sidoarjo (sebelum adsorpsi)	15,985	15,985	15,985
Lumpur sidoarjo (setelah adsorpsi)	9.21	9.22	9.31
Selisih sebelum dan setelah adsorpsi	6.775	6.765	6.675
Larutan HCl 0,5 M	0.020	0.045	0.081



Gambar 4.13 Grafik perbandingan kandungan ion Li^+ setelah adsorpsi dan desorpsi

Dari hasil pengujian ICP diatas dapat dilihat bahwa senyawa LiMn_2O_4 dengan temperatur hidrotermal 160°C kemampuan absorbsinya paling tinggi yaitu sebesar 9,21 ppm. Selanjutnya 180°C dengan 9,22 ppm dan yang paling rendah adalah temperatur 200°C dengan 9,31 ppm. Sementara pada larutan HCl, yang memiliki kemampuan desorpsi paling tinggi adalah senyawa dengan temperatur hidrotermal 200°C yaitu sebesar 0,081 ppm dan yang paling rendah adalah temperatur hidrotermal 160°C dengan 0,020 ppm. Dari hasil diatas menunjukkan bahwa kemampuan adsorpsi dan desorpsi berbanding terbalik antar tiap variasi.

4.4 Efisiensi Adsorpsi dan Desorpsi

Tabel 4.5 Hasil Perhitungan Adsorpsi dan Desorpsi

LiMn_2O_4	Li LuSi sebelum <i>recovery</i> (ppm)	Li LuSi setelah adsorpsi (ppm)	Li terabsorp (ppm)	Efisiensi adsorpsi (%)	Li di HCl setelah desorpsi (ppm)	Adsorpsi / Desorpsi (%)
Temperatur 160°C	15.985	9.21	6.775	42,39	0.020	0,29
Temperatur 180°C	15.985	9.22	6.765	42,32	0.045	0,66
Temperatur 200°C	15.985	9.31	6.675	41,76	0.081	1,21

Dari tabel 4.5 diatas dapat dilihat bahwa LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan hidrotermal 160°C memiliki efisiensi

adsorpsi paling tinggi sebesar 42,39%. Sementara itu untuk efisiensi desorpsi yang paling tinggi adalah LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan hidrotermal 200°C yaitu sebesar 1,21%.

Untuk mempermudah dalam pemahaman maka diubah ke satuan mg/g. Maka dari itu LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan hidrotermal 160°C memiliki efisiensi adsorpsi 67,75 mg/g. Untuk temperatur 180°C memiliki efisiensi 67,65 mg/g dan 200°C sebesar 66,75 mg/g. Sementara itu untuk efisiensi desorpsi pada temperatur 160°C adalah sebesar 0,2 mg/g. Sedangkan temperatur 180°C efisiensinya 0,45 mg/g dan 200°C sebesar 0,81 mg/g.

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

- Pada sintesis LiMn_2O_4 menggunakan metode hidrotermal dengan temperatur 160°C , 180°C dan 200°C membentuk struktur kristal kubik spinel.
- Morfologi setelah proses hidrotermal terbentuk sebagian partikel berukuran nano namun cenderung membentuk aglomerasi pada variasi temperatur 160°C , 180°C maupun 200°C .
- LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan hidrotermal 160°C memiliki efisiensi adsorpsi paling tinggi sebesar 42,39%.
- LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan hidrotermal 200°C memiliki efisiensi desorpsi paling tinggi sebesar 1,21%.

5.2 Saran

Untuk kedepannya perlu dilakukan karakterisasi lanjut yang lebih mendalam terhadap material hasil sintesis hidrotermal dan juga setelah proses adsorpsi dan desorpsi sehingga didapatkan hasil yang lebih akurat.

(Halaman Ini Sengaja Dikosongkan)

Daftar Pustaka

- Alberty, R.A. 1987. “**Physical Chemistry Volume 7th** “. John Willey and Sons
- Jiang, CH. Zhou, HS. 2007. ‘*Synthesis of spinel LiMn₂O₄ nanoparticles through one-step hydrothermal reaction*’. **Journal of Power Sources** 172 (2007) 410–415
- Byrappa, K., Yoshimura, M. (2001). “**Handbook of Hydrothermal Technology: A Technology for Crystal Growth and Materials Processing**”. Noyes Publications, New Jersey, USA.
- Chung, Kang-Sup., Lee, Jae-Chun., Kim Eun-Jin., Lee, Kyung-Chul., Kim, Yang-Soo., and Ooi, Kenta. 2004 “*Recovery of Lithium from Seawater Using Nano-Manganese Oxide Adsorbents Prepared by Gel Process*”. **Materials Science Forum** Vols. 449-452, 277-280
- Chung, Kang-Sup., Lee, Jae-Chun., Kim, Wan-Keun., Kim, Sung Bok., Cho, Young Kuk. 2008. “*Inorganic adsorbent containing polymeric membrane reservoir for the recovery of lithium from seawater*”. **Journal of Membrane Science** 325, 503-508
- Dang, Vi-Duong., Steinberg, Meyer.1977. “*Preliminary Design and Analysi of Recovery of Lithium From Brines With The Use of a Selective Extractant*”. **13th Annual Forum on The Geology of Industrial Minerals 1977**. Oklahoma.

- Etty, Marti Wigayati., Erfin, Yunda Febrianto., dan Andika, Fajar., 2008. “*Pembuatan Senyawa LiMnO Untuk Elektroda Baterai Padat Lithium*”. **Jurnal Sains Materi Indonesia Edisi Khusus Desember 2008**, 201-204.
- Feng, Q., Miyai, Y., Kanoh, H., Ooi, K., (1992). "*Lithium + extraction/insertion with spinel type lithium manganese oxide. Characterization of redox-type and ion-exchange-type sites*". **Langmuir** Vol. 8, 1861.
- Hui Zhang, Q., Peng Li, S., Ying Sun, S., Sheng Yin, X., Guo Yu, J. 2010. “*LiMn₂O₄ Spinel Direct Synthesis And Lithium Ion Selective Adsorption*”. **Chemical Engineering Science** 65, 169 – 173.
- Iriyama, Y., Tachibana, Y., Sasasoka, R., Kuwata, N., Abe, T., Inaba M., Tasaka, A., Kikuchi, K., Kawamura, J., Ogumi, Z. 2007. “*Preparation of Lithium Manganese Oxide Fine Particles By Spray Pyrolysis And Their Electrochemical Properties*”. **Journal of Power Sources** 174, 1057–1062.
- Jun Yue, H., Huang, K., Ping, D., Yang, Y. 2009. “*Hydrothermal Synthesis of LiMn₂O₄/C Composite as a Cathode For Rechargeable Lithium-Ion Battery With Excellent Rate Capability*”. **Electrochimica Acta** 54 : 5363–5367
- Koninklijke, 2008, " *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP- AES)*". Philips Electronics N.V.

- Michalska, M., Lipińska, L., Mirkowska, M., Aksienionek, M., Diduszek, R. 2011. “*Nanocrystalline Lithium–Manganese Oxide Spinel for Li-ion batteries - Sol-gel Synthesis And Characterization Of Their Structure and Selected Physical Properties*”. **Solid State Ionics** 188 : 160–164
- Niwa, M., Katada, N., dan Okumura, K. 2010. “**Characterization and Design of Zeolite Catalysts**”. Springer, Berlin.
- O'Donoghue, M. (1983). *A guide to Man-made Gemstones*. **Great Britain: Van Nostrand Reinhold Company**. pp. 40–44.
- Ooi, Kenta., Miyai, Yoshitaka., and Sakakihara, Jitsuo. 1990. “*Mechanism of Li^+ Insertion in Spinel-Type Manganese Oxide. Redox and Ion-Exchange Reactions*”. **Langmuir** Vol.7, 1167-1171.
- Pauwels, H., Brach, M., Fouillac, C., 1995. “*Study of Li^+ adsorption onto polymeric aluminium (III) hydroxide for application in the treatment of geothermal waters*”. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering aspects**. Vol: 100, 73-82
- Perego, C., Villa P. 1997. “*Catalyst Preparation Methods*”. **Catalysis Today**, 34, 281-305.

- Siame, E., Pascoe, R.D. 2011. “*Extraction Of Lithium From Micaceous Waste From China Clay Production*”. **Minerals Engineering Vol 24**, Issue 14, 1595-1602.
- Umeno, A., Miyai, Y., Takagi, N., Chitrakar, R., Sakane, K., Ooi, K. 2002. “*Preparation and adsorptive properties of membrane-type adsorbents for lithium recovery from seawater*”. **Industrial & Engineering Chemistry Research**. 41, 4187–4281.
- West, Anthony R., 1985. **Solid State Chemistry and Its Applications**. John Willey and Son.
- Yan, Qunxuan., Li, Xinhai., Wang, Zhixin., Wu, Xifei., Wang, Jiexi., Guo, Huajun., Hu, Qiyang., Peng, Wenjie. 2012. “*Extraction Of Lithium From Lepidolite By Sulfation Roasting And Water Leaching*”. **International Journal of Mineral Processing Vol 110-111**, 1-5.
- Zhang, C., Wang, H., Xu, H., Wang, B., Yan, H. 2003. “*Low-Temperature Hydrothermal Synthesis Of Spinel-Type Lithium Manganese Oxide Nanocrystallites*”. **Solid State Ionics** 158 : 113– 117

LAMPIRAN

LAMPIRAN 1: PERHITUNGAN

Pada penelitian ini sintesis lithium mangan oksida spinel mengacu pada penelitian yang pernah dilakukan Jiang et al (2007). Hanya saja terdapat perbedaan prekursor yaitu $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ digantikan dengan LiOH dan $\gamma\text{-MnO}_2$ digantikan dengan MnO_2 . Sehingga untuk mencari mol 1:1 menggunakan molar dari masing-masing senyawa.

Reaksi yang terjadi :



1a. Sintesis LiMn_2O_4

Misal : $a = \text{LiOH}$, $b = \text{MnO}_2$, $c = \text{LiMn}_2\text{O}_4$

Perhitungan massa LiOH :

$$\begin{aligned}\frac{n.a}{n.c} &= \frac{\text{massa } a / Mr \text{ } a}{\text{massa } c / Mr \text{ } c} \\ \frac{4}{4} &= \frac{\text{massa } a / 24}{1 / 181} \\ \text{massa } a &= 0,0055 \times 24 \\ \text{massa } a &= 0,132 \text{ gram} \\ \text{mol} &= \frac{m}{Mr} = \frac{0,132}{24} = 0,0055 \text{ mol}\end{aligned}$$

Perhitungan massa MnO_2 :

$$\begin{aligned}\frac{n.b}{n.c} &= \frac{\text{massa } b / Mr \text{ } b}{\text{massa } c / Mr \text{ } c} \\ \frac{8}{4} &= \frac{\text{massa } b / 87}{1 / 181} \\ \text{massa } b &= (0,0055 \times 2) \times 87 \\ \text{massa } b &= 0,957 \text{ gram} \\ \text{mol} &= \frac{m}{Mr} = \frac{0,957}{87} = 0,011 \text{ mol}\end{aligned}$$

Perhitungan molar pada penelitian yang dilakukan Jiang et al. (2007) yang menggunakan 1,5 mmol untuk prekursornya, sebagai berikut :

$$M = \frac{\text{mol}}{\text{volume}} = \frac{1,5 \text{ mmol}}{35 \text{ ml}} = 0,0428 \text{ mmol/ml}$$

Karena menggunakan autoclave yang memiliki volume 150ml maka hanya cukup untuk mencari 1 gram LiMn_2O_4 .

$$\text{Mol LiOH} = 0,0055 \text{ mol} \times 1000 = 5,5 \text{ mmol}$$

$$\text{Volume} = \frac{5,5 \text{ mmol}}{0,428 \text{ mmol/ml}} = 128,5 \text{ ml}$$

1b. *d spacing* dan ukuran kristal

Perhitungan *d spacing* :

Menggunakan rumus :

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Sehingga persamaan ini menjadi :

$$d = \frac{\lambda}{2\sin\theta}$$

$$\lambda = 1,5060$$

$$2\theta = 21,61 \text{ sehingga } \theta = 10,805$$

Maka,

$$d = \frac{1,5406}{2\sin 10,805^\circ} = 4,186 \text{ \AA}$$

Perhitungan ukuran kristal :

Rumus yang digunakan :

$$D = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta}$$

Didapatkan data hasil pengujian XRD pada LiMn_2O_4 dengan variasi waktu hidrotermal 24 jam yaitu :

$$\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$$

$$B = 0.00933 \text{ rad}$$

$$\Theta = 18,52^\circ$$

Maka :

$$D = \frac{0.9 \times 1.5406}{0.00933 \times \cos 18,52^\circ}$$

$$D = 156,594 \text{ \AA}$$

1c. Perhitungan Tekanan pada saat pemanasan hidrotermal

Gas ideal

$$P V = n R T$$

P = tekanan (atm)

$$R = 0,082 \text{ L.atm/mol}$$

V = volume (m^3)

$$= 8,314 \text{ J/K.mol}$$

n = partikel gas (mol)

T = temperatur (K)



$$V = 128,5 \text{ ml}$$

$$= 128,5 \text{ g} + 1 \text{ g}$$

$$n = \text{g/mol}$$

$$= 128,5/199 = 0,65 \text{ mol}$$

$$P = \frac{n R T}{V}$$

$$V$$

$$= \frac{0,65 (8,314 \text{ J/K.mol}) (200+273 \text{ K})}{0,00015 \text{ m}^3}$$

$$0,00015 \text{ m}^3$$

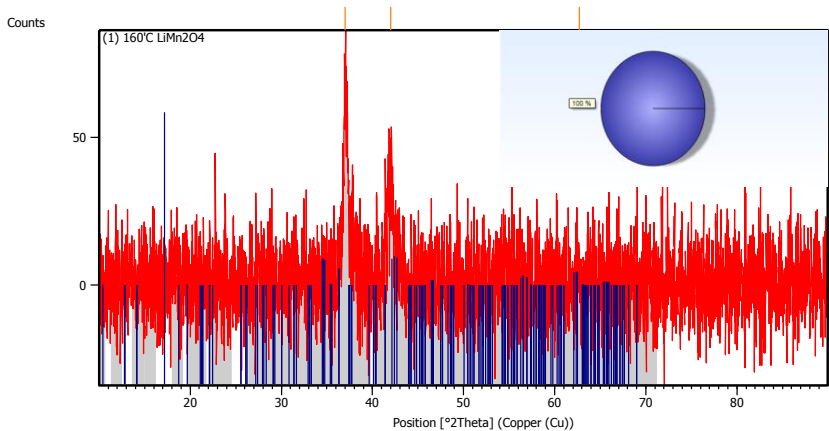
$$= 17 \times 10^6 \text{ Pa}$$

$$= 170 \text{ atm}$$

LAMPIRAN 2: DATA HASIL KARAKTERISASI

2a. XRD hasil sintesis

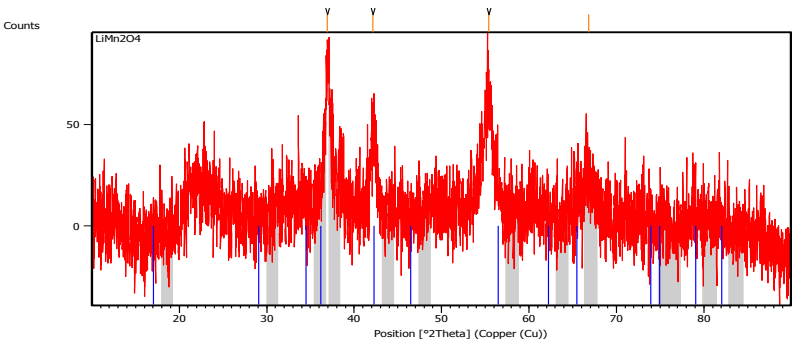
1. Data LiMn_2O_4 temperatur hidrotermal 160°C



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
37.0273	74.90	0.4015	2.42792	100.00
41.9719	32.64	0.8029	2.15262	43.58
62.6919	7.96	0.4684	1.48199	10.63

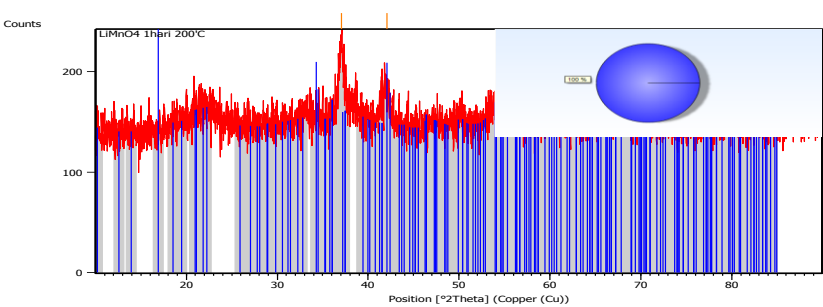
2. Data LiMn_2O_4 temperatur hidrotermal 180°C



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
36.9400	65.50	0.4015	2.43345	100.00
42.1472	37.13	0.5353	2.14407	56.68
55.4236	50.74	0.6691	1.65784	77.47
66.8450	16.90	0.8029	1.39965	25.80

3. Data LiMn_2O_4 temperatur hidrotermal 200°C

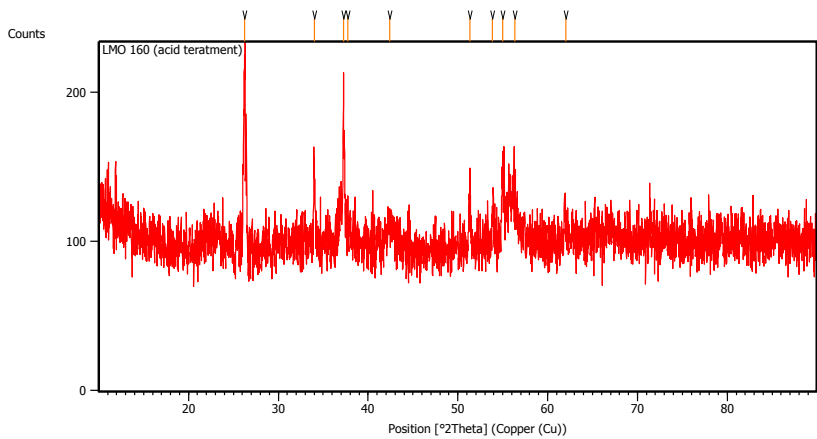


Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
37.0543	70.44	0.5353	2.42620	100.00
42.0452	35.01	0.5353	2.14904	49.70

2b. XRD setelah proses acid treatment

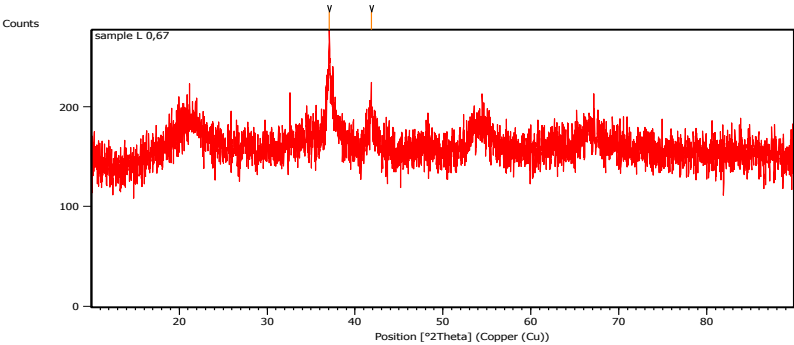
1. Data LiMn_2O_4 temperatur hidrotermal 160°C



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.2545	122.91	0.1004	3.39448	100.00
33.9947	59.02	0.1338	2.63724	48.02
37.2573	113.87	0.0502	2.41345	92.64
37.7372	16.86	0.1004	2.38386	13.72
42.4154	17.43	0.9368	2.13113	14.18
51.3225	31.42	0.2007	1.78025	25.56
53.8715	21.36	0.2007	1.70188	17.38
55.0101	45.29	0.2007	1.66932	36.85
56.3393	28.17	0.8029	1.63305	22.92
62.0098	13.71	0.8029	1.49664	11.15

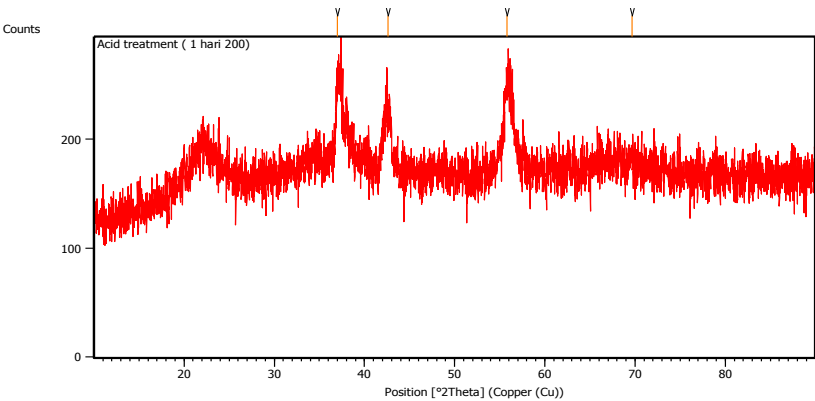
2. Data LiMn₂O₄ temperatur hidrotermal 180°C



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
37.0787	104.44	0.1338	2.42467	100.00
41.8630	60.02	0.2007	2.15797	57.47

3. Data LiMn_2O_4 temperatur hidrotermal 200°C



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
37.0160	66.26	0.3346	2.42863	90.15
42.6426	53.35	0.9368	2.12031	72.58
55.8128	73.50	0.8029	1.64720	100.00
69.6378	9.84	0.5353	1.35019	13.38

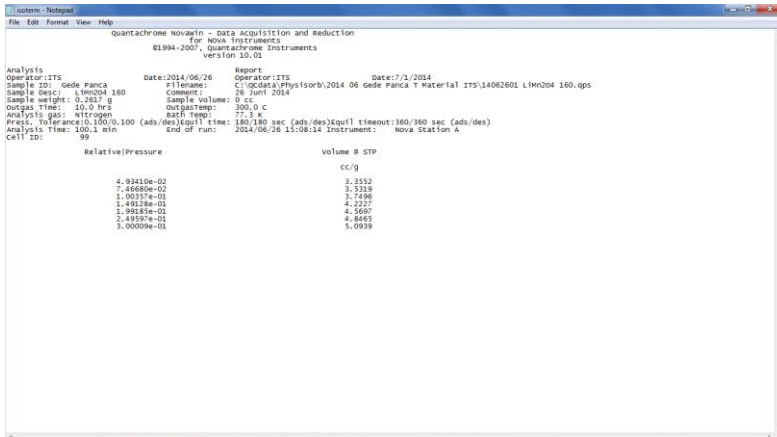
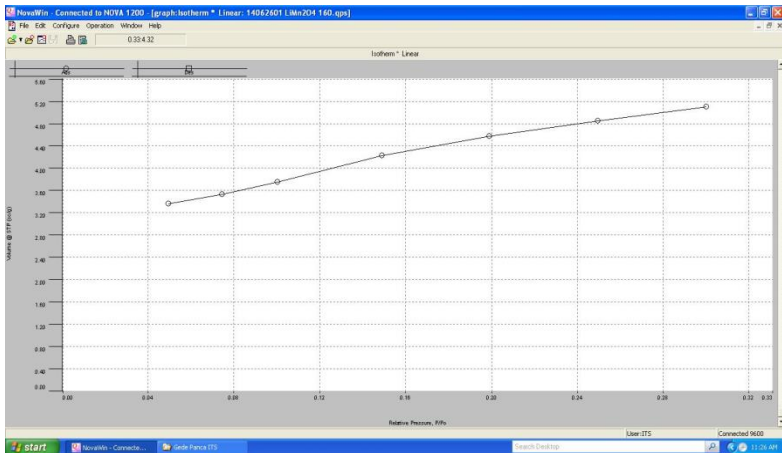
2c. Data Uji BET

Pada pengujian BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) untuk mencari luas permukaan pada masing-masing variasi waktu hidrotermal (24 jam, 48 jam dan 72 jam) menggunakan instrumen Nova 1200e, dan didapatkan hasil sebagai berikut.

Tabel 1 Hasil Uji BET

Temperatur (°C)	Surface Area (m ² /g)
160	15.921
180	20.022
200	8.929

1. Data LiMn₂O₄ temperatur hidrotermal 160°C



new analysis data - Notepad			
File Edit Format View Help			
quantachrome novagin - data acquisition and Reduction For Nova Instruments 61994-2007, Quantachrome Instruments version 10.01			
Analysis	Date: 2014/06/26	Report	Date: 7/1/2014
Operator: ITS	Filename: C:\QCDATA\Physisorb\2014 06 Gede Panca T Material ITS\14062601 LHM204 160.qps	Operator: ITS	
Sample ID: Gede Panca	Comment: 26 Jun 2014		
Sample desc: LHM204 160	Sample volume: 0 cc		
Sample weight: 0.2617 g	Outgas Temp: 300.0 C		
Outgas Time: 10.0 hrs	Outgas Temp: 77.3 K		
Analysis gas: Nitrogen	Ads/des/Equil time: 180/180 sec (ads/des) Equil timeout: 160/160 sec (ads/des)		
Press. Tolerance: 0.100/0.100	End of run: 2014/06/26 15:08:14 Instrument: Nova Station A		
Analysis Time: 100.1 min			
Cell ID: 99			
P/Po	Po	Volume @ STP	
	mmHg	cc	
0.049341	770.48	0.8781	
0.074668	770.48	0.8243	
0.106357	770.48	0.9813	
0.148116	770.48	1.1031	
0.199185	770.48	1.1959	
0.249357	770.48	1.1463	
0.300009	770.48	1.3333	

surface area - Notepad

File Edit Format View Help

quantachrome novagin - data acquisition and Reduction
For Nova Instruments
61994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01

Analysis
Operator: ITS
Sample ID: Gede Panca
Sample desc: LHM204 160
Sample weight: 0.2617 g
Outgas Time: 10.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.100/0.100
Analysis Time: 100.1 min
Cell ID: 99
Adsorbate: Nitrogen
Molec. wt.: 28.013 g
relative(Pressure
P/Po
1.0037e-01
1.4413e-01
1.9918e-01
2.4935e-01
3.0000e-01

Date: 2014/06/26
Filename: C:\QCDATA\Physisorb\2014 06 Gede Panca T Material ITS\14062601 LHM204 160.qps
Comment: 26 Jun 2014
Sample volume: 0 cc
Outgas Temp: 300.0 C
Batch Temp: 77.3 K
Ads/des/Equil time: 180/180 sec (ads/des) Equil timeout: 160/160 sec (ads/des)
End of run: 2014/06/26 15:08:14 Instrument: Nova Station A

Report
Operator: ITS
Date: 7/1/2014

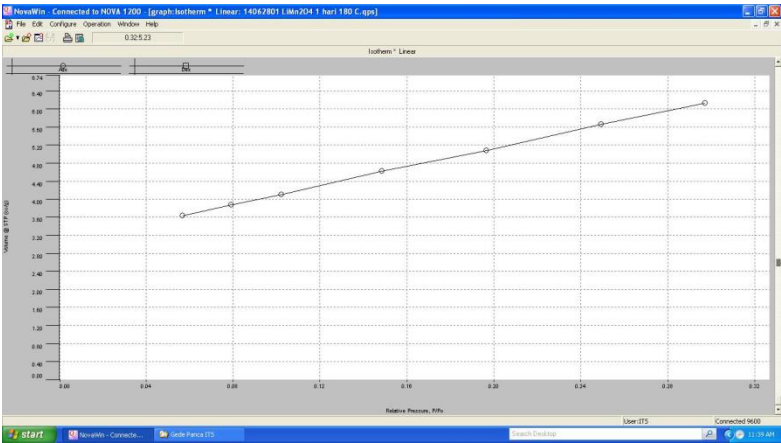
Temperature: 77.350K
Cross Section: 16.200 A*
Liquid Density: 0.808 g/cc

volume @ STP
cc/g
3.7498
4.2237
4.5697
4.8465
5.0939

1 / [W((P/Po) - 1)]
2.1804e+01
3.1709e+01
4.3550e+01
5.4921e+01
6.7319e+01

BET summary
Slope = 237.629
Intercept = 1.108e+00
Correlation coefficient, r = 0.998823
C constant = 197.429
Surface Area = 15.921 m²/g

2. Data LiMn_2O_4 temperatur hidrotermal 180°C



Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for Nova Instruments
61994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01

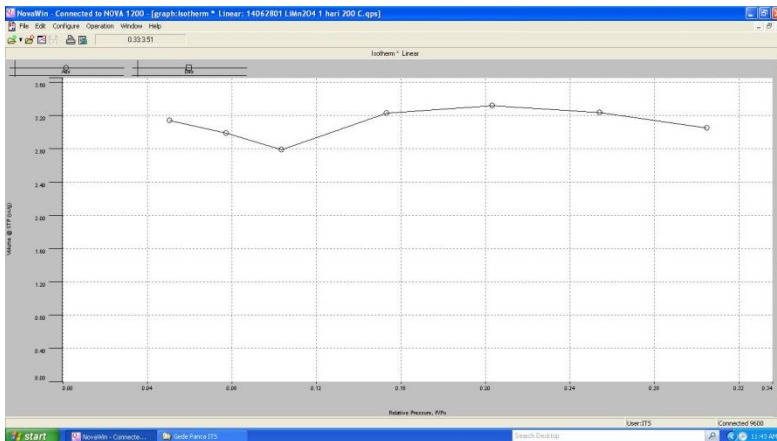
Analysis
Operator: ITS Date: 2014/06/28 Report
Sample ID: Gede Panca P1 Name: C:\csc\csc\physisorb\2014 06 Gede Panca T Material ITS\14062801.LiMn2O4 1 har1 180 C.qps
Sample Desc: LiMn2O4 1 har1 180 C Comment: 28 Juni 2014
Sample weight: 0.1931 g Sample Volume: 0.2318 cc
Output Time: 10.0 hrs Output Temp: 350.0 C
Analysis gas: Nitrogen Baff Temp: 77.3 K
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 180/180 sec (ads/des) Equil timeout: 160/160 sec (ads/des)
Analysis Time: 111.1 min End of run: 2014/06/28 16:33:29 Instrument: Nova Station A
Cell ID: 99

Relative Pressure	Volume @ STP
5.67170e-02	3.4273
7.90300e-02	3.8710
1.03096e-01	4.1964
1.48221e-01	4.6199
2.96468e-01	5.0822
2.49440e-01	5.6673
2.97242e-01	6.1137

raw analysis data - Notepad																																							
File Edit Format View Help																																							
quantachrome novaspin - Data Acquisition and Reduction																																							
For NOVA Instruments																																							
81994-2007, Quantachrome Instruments																																							
version 10.01																																							
Analysis Report																																							
Operator:ITS	Date:2014/06/28	Operator:ITS	Date:7/1/2014																																				
Sample ID: gedc panca	Filename:	C:\Q-Data\Phys-Isorb\2014 06 Gedc Panca T Material ITS\14062801 L\In204 1 har1 180 c.cps																																					
Sample Desc: LIn204 1 har1 180	CC Comment:	28 Jun1 2014																																					
Sample weight: 0.2913 g	Sample Volume:	0.219 cc																																					
Outgas Time: 10.0 hrs	OutgasTemp:	300.0 C																																					
Analysis gas: nitrogen	Back Temp:	77.3 K																																					
Press. Tolerance:0.100/0.100	(ads/des)Equil time:	180/180 sec (ads/des)Equil timeout:180/180 sec (ads/des)																																					
Analysis Time: 111.1 min	End of run:	2014/06/28 16:15:19	Instrument: Nova Station A																																				
Cell ID:	99																																						
<table> <tr> <th>P/Po</th><th>Po</th><th>mmHg</th><th>Volume @ STP</th></tr> <tr> <td></td><td></td><td></td><td>CC</td></tr> <tr> <td>0.056757</td><td>769.85</td><td></td><td>1.4266</td></tr> <tr> <td>0.07903</td><td>769.85</td><td></td><td>1.5225</td></tr> <tr> <td>0.102066</td><td>769.85</td><td></td><td>1.6150</td></tr> <tr> <td>0.148221</td><td>769.85</td><td></td><td>1.8170</td></tr> <tr> <td>0.196468</td><td>769.85</td><td></td><td>1.9984</td></tr> <tr> <td>0.24944</td><td>769.85</td><td></td><td>2.2289</td></tr> <tr> <td>0.297242</td><td>769.85</td><td></td><td>2.4077</td></tr> </table>				P/Po	Po	mmHg	Volume @ STP				CC	0.056757	769.85		1.4266	0.07903	769.85		1.5225	0.102066	769.85		1.6150	0.148221	769.85		1.8170	0.196468	769.85		1.9984	0.24944	769.85		2.2289	0.297242	769.85		2.4077
P/Po	Po	mmHg	Volume @ STP																																				
			CC																																				
0.056757	769.85		1.4266																																				
0.07903	769.85		1.5225																																				
0.102066	769.85		1.6150																																				
0.148221	769.85		1.8170																																				
0.196468	769.85		1.9984																																				
0.24944	769.85		2.2289																																				
0.297242	769.85		2.4077																																				

surface area - Notepad			
File Edit Format View Help			
quantachrome novaspin - Data Acquisition and Reduction			
For NOVA Instruments			
81994-2007, Quantachrome Instruments			
version 10.01			
Analysis Report			
Operator:ITS	Date:2014/06/28	Operator:ITS	Date:7/1/2014
Sample ID: gedc panca	Filename:	C:\Q-Data\Phys-Isorb\2014 06 Gedc Panca T Material ITS\14062801 L\In204 1 har1 180 c.cps	
Sample Desc: LIn204 1 har1 180	CC Comment:	28 Jun1 2014	
Sample weight: 0.2913 g	Sample Volume:	0.219 cc	
Outgas Time: 10.0 hrs	OutgasTemp:	300.0 C	
Analysis gas: nitrogen	Back Temp:	77.3 K	
Press. Tolerance:0.100/0.100	(ads/des)Equil time:	180/180 sec (ads/des)Equil timeout:180/180 sec (ads/des)	
Analysis Time: 111.1 min	End of run:	2014/06/28 16:15:19	Instrument: Nova Station A
Cell ID:	99		
Adsorbate:	Nitrogen	Temperature:	77.350K
Molec. Wt.:	28.013 g	Cross Section:	16.200 A^2
		Liquid Density:	0.808 g/cc
Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [w((Po/P) - 1)]	
P/Po	cc/g		
1.02090e-01	4.1064	2.2155e+01	
1.46221e-01	4.6199	3.0171e+01	
1.96468e-01	5.0812	3.8700e+01	
2.49440e-01	5.6671	4.6921e+01	
2.97242e-01	6.1215	5.1282e+01	
BET summary			
Slope =		188.690	
Intercept =		3.042e+00	
Correlation coefficient, r =		0.999883	
C constant =		34.497	
Surface Area =		20.022 m^2/g	

3. Data LiMn_2O_4 temperatur hidrotermal 200°C



Quantachrome NovaWin - data acquisition and reduction
for NOVA instruments
41994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01

Analysis
Operator: ITS Date: 2014/06/28 Report Operator: ITS Date: 7/1/2014
Sample ID: Gede Panca Filename: C:\QData\Physisorb\2014 06 Gede Panca T Material ITS\14062801 LiMn2O4 1 har1 200 C.qps
Sample Desc: LiMn2O4 1 har1 200 Comment: 27 Jun1 2014
Sample weight: 0.0877 g Sample volume: 0 cc
Output Time: 10.0 hrs Output Temp: 300.0 C
Analysis Gas: Nitrogen Batch Temp: 77.3 K
Press. Tolerance: 150.0/100 (ads/des)/ops 1 time: 180/180 sec (ads/des)/equil timeout: 360/360 sec (ads/des)
Analysis Time: 103.8 min End of run: 2014/06/28 12:25:49 Instrument: Nova Station A
Cell ID: 99

Relative Pressure	Volume @ STP cc/g
5.07770e-02	3.1436
7.71530e-02	2.9829
1.01781e-01	2.7905
1.31246e-01	1.287
2.03575e-01	3.3194
3.34379e-01	3.2327
3.04755e-01	3.0459

raw analysis data - Notepad			
File Edit Format View Help			
quantachrome novaspin - Data Acquisition and Reduction			
For NOVA Instruments			
E1994-2007, Quantachrome Instruments			
version 10.01			
Analysis		Report	
Operator:ITS	Date:2014/06/28	Operator:ITS	Date:17/1/2014
Sample ID: gedo panca	Filename: C:\QDATA\physisorb\2014 06 Gedo Panca 1 Material ITS\14062801 LHM204 1 har1 200 c.cps		
Sample Desc: LHM204 1 har1 200	Comment: 27 Juni 2014		
Sample weight: 0.0877 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 10.0 hrs	OutgasTemp: 300.0 C		
Analysis gas: nitrogen	Back Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance:0.100/0.100	(ads/des)Equil time: 180/180 sec (ads/des)Equil timeout:180/180 sec (ads/des)		
Analysis Time: 103.8 min	End of run: 2014/06/28 17:23:49	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 99			
	P/Po	Po	Volume @ STP
		mmHg	CC
	0.050777	771.29	0.3759
	0.077353	771.29	0.2616
	0.103752	771.29	0.2447
	0.153234	771.29	0.2832
	0.203955	771.29	0.2901
	0.254179	771.29	0.2835
	0.304755	771.29	0.2871

surface area - Notepad			
File Edit Format View Help			
quantachrome novaspin - Data Acquisition and Reduction			
For NOVA Instruments			
E1994-2007, Quantachrome Instruments			
version 10.01			
Analysis		Report	
Operator:ITS	Date:2014/06/28	Operator:ITS	Date:17/1/2014
Sample ID: gedo panca	Filename: C:\QDATA\physisorb\2014 06 Gedo Panca 1 Material ITS\14062801 LHM204 1 har1 200 c.cps		
Sample Desc: LHM204 1 har1 200	Comment: 27 Juni 2014		
Sample weight: 0.0877 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 10.0 hrs	OutgasTemp: 300.0 C		
Analysis gas: nitrogen	Back Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance:0.100/0.100	(ads/des)Equil time: 180/180 sec (ads/des)Equil timeout:180/180 sec (ads/des)		
Analysis Time: 103.8 min	End of run: 2014/06/28 17:23:49	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 99			
Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K
Molec. Wt.: 28.013 g		Cross Section: 16.200 A*	Liquid Density: 0.808 g/cc
Relative Pressure		Volume @ STP	1 / [w((Po/P) - 1)]
P/Po		cc/g	
1.01781e-01		2.7905	3.3201e+01
1.5124e-01		3.2287	4.4844e+01
2.0327e-01		3.3384	6.4010e+01
2.54179e-01		3.2327	8.4352e+01
3.04755e-01		3.0439	1.1334e+02
BET summary			
		Slope =	404.739
		Intercept =	-1.470e+01
Correlation coefficient, r =			0.988123
C constant =			-26.339
Surface Area =			8.929 m ² /g

2d : Hasil Uji ICP

1. Kandungan awal Lithium pada Lumpur Sidoarjo

		No Dokumen : FM-CDEA-5.10-01 Tanggal : 1 Mei 2013 Penerbit : Management Representatif Halaman : 1
FORMULIR SERTIFIKAT HASIL PENGUJIAN		
NAMA PERUSAHAAN	: Gede Panca (Teknik Material ITS)	NO.61/CDEA/FF/IV/2014
NAMA SAMPEL	: Lumpur Sidoarjo	
BENTUK SEDIAAN	: Cairan	
NOMOR BETS	: -	
EXP. DATE	: -	
PENGUJIAN	HASIL (ppm)	KETERANGAN
Li (Lithium)	15,985	1,599 mg/100 ml
Surabaya, 22 Mei 2014		
Disetujui oleh,  (Dra. Nani Purnati, MS, Apt.) Manajer Puncak		Dibuat oleh,  (Aguslina Kirtishanti, S Si., M Kes., Apt.) Manajer Mutu

2. Kadungan Lithium pada Lumpur Sidoarjo Setelah Proses Adsorpsi

June 28, 2014

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT	: Gede Panca Ady Sapputra
RECEIVED ON	: June 20, 2014
TEST REQUIRED	: Lithium Analysis
VOLUME RECEIVED	: 266 grams sample liquid in package was submitted by client
DESCRIPTION of SAMPLE	: Sample 1 (LuSi) 1 Hari 160°C
METHOD & EQUIPMENT	: Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)
TEST RESULT	:

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium	9.21

Note : Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria (x.xx) : (.) as character indicates decimal notation

KJU 14061216#1
#CA-140628#42-WTR

This result related to the samples submitted only.

Quality Assurance Manager



Veronika Erna B., ST

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : Gede Panca Ady Sapputra

RECEIVED ON : June 20, 2014

TEST REQUIRED : Lithium Analysis

VOLUME RECEIVED : 266 grams sample liquid in package was submitted by client

DESCRIPTION of SAMPLE : Sample 2 (LuSi)
1 hari 180°C

METHOD & EQUIPMENT :
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)

TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium	9.22

Note :
Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria
(x.xx) : (.) as character indicates decimal notation

KJU 14061216#2
#CA-140628#43-WTR

This result related to the samples submitted only.

Quality Assurance Manager



Veronika Erna B., ST

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : Gede Panca Ady Sapputra

RECEIVED ON : June 20, 2014

TEST REQUIRED : Lithium Analysis

VOLUME RECEIVED : 257 grams sample liquid in package was submitted by client

DESCRIPTION of SAMPLE : Sample 3 (LuSi)
1 Hari 200°C

METHOD & EQUIPMENT :
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)

TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium	9.31

Note :
Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria
(x.xx) : (.) as character indicates decimal notation

KJU 14061216#3
#CA-140628#44-WTR

This result related to the samples submitted only.

Quality Assurance Manager



Veronika Erna B., ST

3. Kandungan Lithium pada HCl Setelah Proses Desorpsi

Certificate No. 142277-6

page 1 of 1

June 28, 2014

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : Gede Panca Ady Sapputra
RECEIVED ON : June 20, 2014
TEST REQUIRED : Lithium Analysis
VOLUME RECEIVED : 266 grams sample liquid in package was submitted by client
DESCRIPTION of SAMPLE : Sample A (LiCl)
1 hari 160°C
METHOD & EQUIPMENT :
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)
TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium	0.020

Note :

Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria

(x.xxx) : (.) as character indicates decimal notation

KJU 14061216#6

#CA-140628#47-WTR

This result related to the samples submitted only.

Quality Assurance Manager



Veronika Erna B., ST

REPORT OF ANALYSIS


CLIENT : Gede Panca Ady Sapputra
RECEIVED ON : June 20, 2014
TEST REQUIRED : Lithium Analysis
VOLUME RECEIVED : 266 grams sample liquid in package was submitted by client
DESCRIPTION of SAMPLE : Sample B (LiCl)
1 hari 180°C
METHOD & EQUIPMENT :
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)
TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium	0.045

Note :
Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria
(x.xxx) : (.) as character indicates decimal notation

KJU 14061216#7
#CA-140628#48-WTR

This result related to the samples submitted only.

Quality Assurance Manager

Veronika Erna B., ST

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : Gede Panca Ady Sapputra
RECEIVED ON : June 20, 2014
TEST REQUIRED : Lithium Analysis
VOLUME RECEIVED : 257 grams sample liquid in package was submitted by client
DESCRIPTION of SAMPLE : Sample C (LiCl)
1 hari 200°C
METHOD & EQUIPMENT :
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)
TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium	0.081

Note :
Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria
(x.xxx) : (.) as character indicates decimal notation

KJU 14061216#8
#CA-140628#49-WTR

This result related to the samples submitted only.

Quality Assurance Manager

Veronika Erna B., ST

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Yusuf Kurniawan, dilahirkan di kota Surabaya, 16 Mei 1992, merupakan putra kedua dari dua bersaudara pasangan Bapak Heri Priyanto dan ibu Tri Kriswari. Penulis menempuh pendidikan formal di Surabaya yakni TK Hasyim Ashari, SDN Barata Jaya 1, SMPN 12 Surabaya dan SMAN 6 Surabaya. Setelah lulus dari SMA tahun 2010, Penulis melanjutkan pendidikan

dan diterima menjadi mahasiswa di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS dan terdaftar secara administrasi dengan NRP. 2710 100 051. Semasa perkuliahan, penulis aktif berorganisasi dan juga UKM. Penulis juga pernah melaksanakan kerja praktek di PT. Chevron Indonesia Company . Penulis menutup kuliah di kampus dengan Tugas Akhir berjudul **“Pengaruh Variasi Temperatur Hidrotermal Pada Sintesis Lithium Mangan Oksida (LiMn_2O_4) Spinel Terhadap Efisiensi Adsorpsi Dan Desorpsi Ion Lithium Dari Lumpur Sidoarjo”**.

Email : stevieyusuf@yahoo.com

(Halaman Ini Sengaja Dikosongkan)